ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



|  |  |
| --- | --- |
| **НАЦИОНАЛЬНЫЙ**  **СТАНДАРТ**  РОССИЙСКОЙ  **ФЕДЕРАЦИИ** | ГОСТ Р  *(проект, первая редакция)* |

Руды редких металлов крандаллит-монацитового типа товарные необогащенные. Технические условия

Настоящий проект стандарта не подлежит

применению до его принятия

**Предисловие**

1 разработан Федеральным государственным бюджетным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н. М. Федоровского (ФГБУ «ВИМС») и Обществом с ограниченной ответственностью «Восток Инжиниринг» (ООО «Восток Инжиниринг»).

2 внесен Техническим комитетом по стандартизации ТК  372 « Редкие и редкоземельные металлы».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_\_ г. № \_\_\_\_\_\_\_

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в* [*статье 26*](http://demo.garant.ru/document/redirect/71108018/26) *Федерального закона "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе "Национальные стандарты", а официальный текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на* [*официальном сайте*](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279) *национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (*[*www.gost.ru*](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279)*).*

**Содержание**

1 Область применения ……………………………………………………………

2 Нормативные ссылки ……………………………………………………………

3 Термины и определения ……………………………………………………….

4 Классификация и технические требования..…………………………………

5 Требования безопасности и охраны окружающей среды…………………

6 Правила приемки …………………………………………………………………

7 Методы испытаний ……………………………………………………………….

7.1 Отбор и подготовка проб..…………………………………………………...

7.2 Определение полезных компонентов и примесей атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектральным с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП) методами….

7.3 Определение полезных компонентов и примесей рентгеноспектральным флуоресцентным методом

7.4 Определение массовой доли воды………………………………………..

7.5 Определение максимальной крупности кусков ………………………...

7.6. Определение эффективной удельной активности радионуклидов…

8 Транспортирование и хранение.……………………………………………….

9 Гарантии изготовителя .…………………………………………………………

Приложение А (обязательное) Характеристики погрешности АЭС-ИСП и МС-ИСП измерений ………………………………………………………………..

Приложение Б (обязательное) Приготовление вспомогательных и градуировочных растворов для измерений АЭС-ИСП методом………………………………………………………………………………

Приложение В (обязательное) Приготовление вспомогательных и градуировочных растворов для измерений МС-ИСП методом……………………………………………………………………………….

Приложение Г (справочное) Приготовление вспомогательных растворов для учета полиатомных интерференций……….…………………………………………………………….

Приложение Д (обязательное) Аналитические линии определяемых и неопределяемых элементов РСА методом и условия измерения их интенсивностей

Приложение Е (обязательное) Спектральные положения пиков аналитических линий определяемых и неопределяемых элементов ( Xi ), пика стандарта-фона Rh Kβ-C и фоновых точек (фон 1 Xф1i и фон 2 Xф2i) , коэффициенты F1i и F2i для расчета интенсивности фона под линией Iфi

Приложение Ж (обязательное) Значения величин энергии аналитических линий определяемых и мешающих элементов и их краев поглощения в кэВ для учета селективных эффектов взаимного влияния элементов друг на друга

Приложение З (обязательное) Приготовления моноэлементных искусственных смесей на основе диоксида кремния и искусственных смесей, используемых для определения коэффициентов учета селективных эффектов Kij

Библиография …………………………………………………….………………...

**Введение**

Руды редких металлов крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа сосредоточены в основном на одном из крупнейших в мире Томторском месторождении в Республике Саха (Якутия). Рудными минералами, содержащими промышленно ценные элементы, являются минералы группы крандаллита, монацит, пирохлор, ксенотим. Уникально высокие содержания ниобия и редкоземельных металлов месторождения позволяют использовать руду в качестве «природного концентрата», без дополнительного первичного обогащения.

Требования настоящего стандарта направлены на нормативное обеспечение деятельности предприятий при производстве и реализации продукции (необогащенной руды крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа, являющейся добытым полезным ископаемым), первой по своему качеству продукции, соответствующей настоящему стандарту.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ

ФЕДЕРАЦИИ

Руды редких металлов крандаллит-монацитового типа товарные необогащенные. Технические условия

Goods non-enriched rare metal ores of crandallite-monazite type. Specifications

Дата введения −

# 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на руды редких металлов крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа товарные необогащенные, являющиеся добытым полезным ископаемым – первой по своим техническим требованиям продукцией предприятий горнодобывающей промышленности, подвергнутой дроблению и сушке, предназначенной для производства химических соединений редких металлов или группы таких металлов.

1.2 Настоящий стандарт устанавливает технические требования к показателям качества руд, общие технические требования, правила приемки, методы испытаний, требования к транспортированию и хранению.

1.3 Настоящий стандарт не распространяется на руду редких металлов крандаллит-лимонитового, франколитового типов, а также на концентраты, полученные после обогащения руд редких металлов.

1.4 Положения настоящего стандарта могут применяться при разработке стандартов организаций и (или) технических условий (далее – ТУ) на руды редких металлов крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования;

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны;

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности;

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты;

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности;

ГОСТ 12.3.009 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности;

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание;

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия;

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия;

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия;

ГОСТ 8984 Силикагель-индикатор. Технические условия;

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия;

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия;

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия;

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия;

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия;

ГОСТ 23350 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия;

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры;

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний;

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания;

ГОСТ Р 51568-99 (ИСО 3310-1-90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия;

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения;

ГОСТ Р 52501 Вода для лабораторного анализа. Технические условия;

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания;

СТ СЭВ 543 Числа. Правила записи и округления.

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил и/или классификаторов) в информационной системе общего пользования - на [официальном сайте](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279) федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта (документа) с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта (документа) с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт (документ) отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

# 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52361, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **минеральное сырье**: полезное ископаемое, не прошедшее полный комплекс технологических операций, для которого не проведена классификация.

**3.2 руда редких металлов товарная необогащенная:** Добытое полезное ископаемое, являющееся первой по своему качеству продукцией для предприятий горнодобывающей промышленности, подвергнутая дроблению и сушке.

**3.3 сумма оксидов редкоземельных металлов (ΣTR2O3):** Нормируемый физико-химический показатель руд редких металлов.

П р и м е ч а н и е – показатель включает следующие элементы: лантан, церий, празеодим, неодим, самарий, европий, гадолиний, тербий, диспрозий, гольмий, эрбий, тулий, иттербий, лютеций, иттрий.

**3.4 показатели качества поставляемой партии:** Значения нормируемых физико-химические показателей руды, полученные по результатам испытаний одной или нескольких контролируемых партий, рассчитанные как взвешенное среднеарифметическое значение по каждому показателю.

# 4 Классификация и технические требования

4.1 Руда редких металлов товарная необогащенная должна соответствовать требованиям настоящего стандарта и быть добыта в соответствии с техническим проектом разработки месторождения.

4.2 Для отнесения минерального сырья к руде редких металлов товарной необогащенной крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа сырье должно соответствовать следующим показателям, приведенным в таблице 1

Таблица 1. Показатели минерального сырья для его отнесения к руде редких металлов товарной необогащенной крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Тип руды | Наименование показателя | Значение показателя | Номер пункта методов испытаний |
| Крандаллит-монацитовый, пирохлор-монацит-крандаллитовый | Массовая доля пентаоксида ниобия (Nb2O5), %, не менее | 1,0 | 7.2, 7.3 |
| Массовая доля суммы оксида железа (III) и оксида марганца Σ (Fe2O3+MnO), %, не более | 30 | 7.2, 7.3 |
| Массовая доля оксида кальция (CaO), %, не более | 15 | 7.2 |
| Массовая доля оксида фосфора (P2O5), %, не более | 25 | 7.2 |
| П р и м е ч а н и я:  1 Нормы по показателям лимитирующих значений компонентов приведены в пересчете на сухое вещество (пробу руды), высушенное при температуре (105±5) °С. Допускается расчетный метод приведения результатов испытаний на сухое вещество (пробу руды) при одновременном проведении химического анализа исходной пробы и определении влаги при температуре (105±5) °С.  2 Содержание оксида скандия (Sc2O3) не нормируется, так как он неравномерно распределен в пределах месторождения. | | | |

4.3 Руды редкоземельных и редких металлов крандаллит-монацитового, пирохлор-монацит-крандаллитового типа характеризуются слоистым сложением, участками проявляется микробрекчирование и массивная текстура. Строение большей частью метаколлоидное. Руды обладают высоким содержанием породообразующих минералов (каолинита и сидерита), редкоземельные минералы представлены крандаллитом и монацитом, а редкометалльные – пирохлором.

4.4 По физико-химическим показателям руда редких металлов товарная необогащенная должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2 − Нормируемые физико-химические показатели руды редких металлов товарной необогащенной

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Вид показателя | Наименование показателя | Значение показателя | Номер пункта методов испытаний |
| Полезные компоненты | Массовая доля пентаоксида ниобия (Nb2O5), %, не менее | 1,0 | 7.2, 7.3 |
| Массовая доля суммы оксидов редкоземельных металлов (ΣTR2O3), %, не менее | 1,0 | 7.2, 7.3 |
| Влажность руды | Массовая доля влаги, %, не более | 10 | 7.4 |
| Крупность руды | Максимальная крупность кусков, мм, не более: | 75 | 7.5 |
| П р и м е ч а н и я:  1 Нормы по показателям лимитирующих значений компонентов приведены в пересчете на сухое вещество (пробу руды), высушенное при температуре (105±5) °С. Допускается расчетный метод приведения результатов испытаний на сухое вещество (пробу руды) при одновременном проведении химического анализа исходной пробы и определении влаги при температуре (105±5) °С.  2 Содержание оксида скандия (Sc2O3) не нормируется, так как он неравномерно распределен в пределах месторождения. | | | |

4.5 В качестве основного метода испытаний используется рентгеноспектральный метод определения содержаний определяемых показателей по п. 7.3. Методы определения содержаний полезных компонентов и примесей методами АЭС-ИСП, МС-ИСП (п.7.2) используются в качестве контрольных и арбитражных.

4.6 При анализе руд редких металлов допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие достоверность результатов измерений. Применяемые методики измерений должны быть аттестованы.

4.7 При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят методами, указанными в п. 7.2 настоящего стандарта, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами, в том числе в согласованной сторонами лаборатории, аккредитованной в национальной системе аккредитации.

4.8 Допускаемое отклонение массовой доли общего пентаоксида ниобия (Nb2O5) и суммы оксидов редкоземельных металлов (ΣTR2O3) в поставляемой партии руды не должно превышать норм погрешности, установленных в Приложении А.

# 5 Требования безопасности и охраны окружающей среды

5.1 В соответствии с санитарными нормами и правилами СанПиН 2.6.1.2800-10 (пункт 5.1) руды редких металлов относятся к минеральному сырью с повышенным содержанием природных радионуклидов, поскольку эффективная удельная активность природных радионуклидов в них может быть выше 740 Бк/кг [1].

Классификация руды, как минерального сырья с повышенным содержанием природных радионуклидов, производится согласно санитарным правилам и нормативов СанПиН 2.6.1.2523-09 (пункт 5.3.4) [2] и СанПиН 2.6.1.2800-10 (раздел V) [1].

5.2 Обеспечение радиационной безопасности при обращении с такими рудами осуществляется согласно санитарных правил и норм СанПиН 2.6.1.2800-10 (пункты 3.1, 3.2, 3.4, раздел V) [1], СанПиН 2.6.1.2523-09 (разделы IV, V, VII) [2], СП 2.6.1.2612-10 (раздел 5.2) [3].

5.3 В организациях, осуществляющих работы с рудами редких металлов, содержащих природные радионуклиды, должен осуществляться радиационный контроль, который является составной частью производственного. Порядок проведения контроля над показателями радиационной безопасности определяется для каждой организации с учетом особенностей и условий выполняемых ею работ.

5.4 Обращение с рудами редких металлов с величиной эффективной удельной активности природных радионуклидов менее 740 Бк/кг (I класс минерального сырья) в производственных условиях осуществляется без ограничений по радиационному фактору в соответствии с СанПиН 2.6.1.2800-10 (раздел 5) [1].

5.5 В соответствии с требованиями пунктов 3.1.1 и 3.1.2 СанПиН 2.6.1.2800-10 [1], в организациях, осуществляющих работы с рудой с удельной эффективной активностью Аэфф более 740 Бк/кг, эффективная годовая доза облучения работников за счет природных источников ионизирующего излучения в производственных условиях не должна превышать 5 мЗв/год. В случае превышения дозы облучения 5 мЗв/год должны приниматься меры по снижению доз облучения работников ниже этого уровня или рассматриваться вопрос о прекращении (приостановке) работ.

В случаях, когда экономически обоснованные защитные мероприятия не позволяют обеспечить на отдельных рабочих местах облучение работников в дозе менее 5 мЗв/год, допускается отнесение соответствующих работников по условиям труда к персоналу группы А согласно СанПиН 2.6.1.2523-09 [2]. Список лиц, отнесенных к персоналу группы А, утверждает администрация организации, на них распространяются установленные СанПиН 2.6.1.2523-09 [2] требования. О принятом решении администрация организации информирует органы, осуществляющие государственный санитарно-эпидемиологический надзор.

5.6 Каждой поставляемой партии руды редких металлов должна быть дана радиационно-гигиеническая оценка, по результатам которой устанавливается порядок обращения с рудой в производственных условиях в соответствии с санитарными правилами и нормами СанПиН 2.6.1.2523-09 (пункт 5.3.4) [2], СанПиН 2.6.1.2800-10 (раздел V) [1] и требования к транспортированию согласно пункта 5.5 СанПиН 2.6.1.2800-10 [1] и СанПиН 2.6.1.1281-03 [13].

5.7 Руда редких металлов пожаровзрывобезопасна, не содержит и не образует токсичных и пожаровзрывоопасных соединений в воздушной среде и сточных водах.

5.8 В процессе добычи руда редких металлов поступает в воздух рабочей зоны в виде пыли. Пыль руды редких металлов поступает в организм через органы дыхания и может вызвать раздражение верхних дыхательных путей, а также внутреннее облучение за счет ингаляционного поступления радионуклидов с производственной пылью.

5.9 Предельно допустимая концентрация (ПДК) пыли руды редких металлов в воздухе рабочей зоны среднесменная составляет 5 мг/м3 (по диоксиду церия) в соответствии с гигиеническими нормативами ГН 2.2.5.3532-18 (пункт 2.1) [4]. По степени воздействия на организм человека относится к 3-му классу опасности (умеренно опасные) по ГОСТ 12.1.007 (пункт .1.2).

Массовую концентрацию пыли руды редких металлов в воздухе рабочей зоны определяют периодически в соответствии с ГОСТ 12.1.005, а также утвержденными Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации руководством Р 2.2.2006—05 (Приложение 9) [5] и методическими указаниями по методам контроля МУК 4.1.2468—09 [6].

Средние значения радиационных факторов в течение года, соответствующие эффективной дозе 5 мЗв за год, в соответствии с разделом IV СанПиН 2.6.1.2523-09 [2] и разделом 3.1 СанПиН 2.6.1.2800-10 [3].

5.10 Персонал, работающий с рудой редких металлов, должен быть обеспечен специальной одеждой, обувью и средствами защиты органов дыхания, глаз и рук согласно утвержденным приказом Минздравсоцразвития России межотраслевым правилам обеспечения работников специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты [7] и типовым нормам бесплатной выдачи этих средств защиты [8].

5.11 На всех этапах работы с рудой редких металлов должны быть обеспечены требования безопасности ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.3.009, правил безопасности при ведении горных работ и переработке твердых полезных ископаемых [9], а также инструкции по безопасной эксплуатации электроустановок в горнорудной промышленности [10] и санитарно-эпидемиологических правил СП 2.2.2.1327-03 [11].

**6 Правила приемки**

6.1 Оценку соответствия показателей руды редких металлов товарной необогащенной требованиям настоящего стандарта осуществляют контролируемыми партиями. Документ о качестве руды может быть оформлен с помощью буквенно-цифровых символов, либо содержать информацию о показателях качества руды в закодированном или условном виде.

6.2 Документ о качестве руды должен содержать следующую информацию:

- наименование документа, его номер и дата оформления;

- наименование продукции;

- наименование рудника (месторождения);

- номер контролируемой партии и дата ее формирования;

- масса контролируемой партии;

- результаты испытаний с указанием полученных значений показателей, перечисленных в таблице 2.

6.3 Масса контролируемой партии руды по показателям таблицы 2 (массовая доля пентаоксида ниобия, массовая доля суммы редкоземельных элементов, массовая доля влаги и максимальная крупность кусков) составляет 30 тонн.

Допускается по согласованию с потребителем устанавливать другие значения массы контролируемой партии. При массе партии менее установленной, масса контролируемой и поставляемой партий по перечисленным выше показателям принимаются одинаковыми.

6.4 Масса контролируемой партии по показателям таблицы 1 (массовая доля суммы оксида железа (III) и оксида марганца, массовая доля оксида кальция, массовая доля оксида фосфора) не нормируется. Определение этих показателей качества руды редких металлов осуществляют периодически, но не реже одного раза в полугодие, или по требованию потребителя.

6.5 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей таблицы 2 проводят повторные испытания контролируемой партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю контролируемую партию.

Если результаты повторных испытаний не соответствуют требованиям стандарта, предъявляемым к продукции по этим показателям, всю контролируемую партию бракуют.

6.6 Поставляемая потребителю партия руды редких металлов, которая состоит из нескольких установленных или согласованных с потребителем контролируемых партий руды, должна быть однородной по качеству и сопровождается одним документом о качестве.

6.7 Значения результатов испытаний показателей качества поставляемой партии, состоящей из нескольких контролируемых партий, рассчитывают, как взвешенное среднеарифметическое значение показателей партий, входящих в поставку.

Взвешенное среднеарифметическое значение рассчитывается как сумма произведений значения каждого показателя на массу контролируемой партии, деленная на сумму масс всех контролируемых партий, входящих в поставляемую партию.

Числовые значения результатов расчета каждого показателя записывают в документ о качестве до количества значащих цифр, которому соответствует норма этого показателя в таблице 2.

Округление чисел проводят в соответствии с СТ СЭВ 543.

# 7 Методы испытаний

**7.1 Отбор и подготовка проб**

7.1.1 Для отбора проб следует использовать следующее оборудование:

- пробоотсекатель механический;

- совок;

- дробилка лабораторная;

- истиратель любого типа;

- делитель Джонса;

- шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры, обеспечивающий стабильность температуры (105 ± 5) °С;

- сито с ячейкой 0,045 мм и 75 мм по ГОСТ Р 51568-99 (ИСО 3310-1-90);

- противень лабораторный для сушки материалов.

7.1.2 Точечные пробы для контроля качества руды редких металлов отбирают пробоотсекателем на конвейере из расчета не менее 1 пробы на 3 тонны руды. Масса точечной пробы должна быть не менее 5 кг.

При массе поставляемой партии менее 30 тонн допускается увеличение количества точечных проб и уменьшение массы точечной пробы до 2,5 кг.

Отобранные точечные пробы объединяют в общую пробу. Размеры кусков руды, поступающей в пробу, не должны превышать 75 мм в наибольшем измерении. Контроль максимальной крупности кусков проводится по п. 7.4

Для контроля качества руды по массовой доле воды отбирают пробу массой не менее 2 кг из общей пробы.

7.1.3 Общую пробу, сформированную по п. 7.1.2, дробят до крупности не более 5 мм, сокращают делителем Джонса до массы 10 кг. Полученную пробу перемешивают, методом квартования отбирают пробу массой 3-5 кг для проведения исследований по п. 7.5.

Оставшуюся часть пробы дробят на щековой дробилке до крупности не более 1 мм и сокращают делителем Джонса до массы 0,5−0,6 кг. Подготовленную пробу истирают до крупности менее 0,045 мм, перемешивают, методом квартования отбирают аналитическую пробу массой 200−250 г и дубликат массой 300−400 г, помещают в чистую сухую плотно закрывающуюся тару (полиэтиленовую банку, пакет).

На тару наносят маркировку с указанием наименования рудника, даты и времени отбора и регистрационного номера пробы добываемой руды.

Аналитическую пробу отправляют на химический анализ, оставшуюся часть средней пробы передают на хранение.

7.1.4. Для выполнения химического анализа по показателям: массовая доля пентаоксида ниобия, массовая доля суммы редкоземельных элементов, массовая доля суммы железа общего в пересчете на оксид (III) и оксида марганца, массовая доля оксида фосфора, массовая доля оксида кальция аналитическую пробу руды помещают на противень и сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С в течение 1 часа. Затем высушенную пробу охлаждают до комнатной температуры, помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся тару (полиэтиленовую банку, пакет) с идентификационной этикеткой.

Допускается выполнение химического анализа исходной пробы с одновременным определением массовой доли воды с последующим пересчетом результатов анализов на сухую пробу.

**7.2 Определение полезных компонентов и примесей атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектральным с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП) методами**

**7.2.1 Последовательность (этапы) работ**

Определение ниобия, редкоземельных элементов (лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция), иттрия, скандия, фосфора, кальция, марганца и железа выполняется в следующей последовательности:

- разложение пробы, перевод в раствор и стабилизация раствора,

- измерение содержаний Nb, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y, Sc, P, Ca, Mn и Fe в растворе АЭ-ИСП методом,

- измерение содержаний Nb, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er,Tm, Yb, Lu и Y в растворе МС-ИСП методом,

- сведение результатов АЭ-ИСП и МС-ИСП измерений, оперативный контроль правильности.

**7.2.2 Диапазоны измерений содержаний определяемых элементов**

Диапазоны содержаний определяемых элементов (компонентов) приведены в таблице 3.

Таблица 3 − Перечень и диапазоны измерений определяемых элементов и их оксидов

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Определяемый элемент (компонент) | | Диапазоны измерений массовой доли элемента (компонента), % | |
| АЭС-ИСП | МС-ИСП |
| Ниобий в пересчете на оксид | Nb2О5 | 0,020 – 30,0 | 0,020 – 30,0 |
| Лантан | La | 0,0050 – 10,0 | 0,0020 – 10,0 |
| Церий | Ce | 0,010 – 20,0 | 0,0050 – 20,0 |
| Празеодим | Pr | 0,010 – 2,0 | 0,0050 – 2,0 |
| Неодим | Nd | 0,010 – 5,0 | 0,0020 – 5,0 |
| Самарий | Sm | 0,0020 – 0,50 | 0,0020 – 0,50 |
| Европий | Eu | 0,0020 – 0,20 | 0,0020 – 0,20 |
| Гадолиний | Gd | 0,010 – 0,50 | 0,0020 – 0,50 |
| Тербий | Tb | 0,010 – 0,10 | 0,0010 – 0,10 |
| Диспрозий | Dy | 0,010 – 0,50 | 0,0020 – 0,50 |
| Гольмий | Ho | 0,0020 – 0,050 | 0,0010 – 0,050 |
| Эрбий | Er | 0,0050 – 0,20 | 0,0010 – 0,20 |
| Тулий | Tm | 0,0010 – 0,020 | 0,00050 – 0,020 |
| Иттербий | Yb | 0,0020 – 0,10 | 0,0010 – 0,10 |
| Лютеций | Lu | 0,0050 – 0,020 | 0,00050 – 0,020 |
| Иттрий | Y | 0,0020 – 2,0 | 0,0020 – 2,0 |
| Скандий | Sc | 0,0050 – 0,10 | - |
| Фосфор в пересчете на оксид | Р2O5 | 1,0 – 40,0 | - |
| Кальций в пересчете на оксид | CaO | 0,20 – 20,0 | - |
| Марганец | Mn | 0,010 – 20,0 | - |
| Железо | Fe | 0,50 – 40,0 | - |

**7.2.3 Характеристики погрешности АЭС-ИСП и МС-ИСП измерений**

Значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений массовой доли определяемых элементов (компонентов) (при Р=0,95) АЭС-ИСП и МС-ИСП методами анализа приведены в Приложении А.

**7.2.4 Сущность методов анализа**

7.2.4.1 Для перевода материала анализируемой пробы в раствор используется метод сплавление со смесью соды с бурой (2:1) и последующее кислотное растворение полученного сплава. Для стабилизации раствора применяют пероксид водорода.

7.2.4.2 Сущность атомно-эмиссионного с индуктивно-связанной плазмой (АЭ-ИСП) метода определения ниобия, лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, иттрия, скандия, фосфора, кальция, титана, марганца и железа заключается в возбуждении атомов и ионов при распылении анализируемого раствора в индуктивно-связанную плазму (ИСП) и измерении интенсивности аналитических спектральных линий определяемых элементов фотоэлектрическим методом. Связь интенсивности аналитической линии с концентрацией элемента устанавливают с помощью градуировочной характеристики.

Наибольшее и менее контролируемое влияние на результаты анализа оказывает эффект матрицы. Для учета нестабильных условий анализа используют внутренний стандарт – элемент сравнения, который прибавляют в каждую пробу перед введением раствора пробы в плазму. В качестве внутреннего стандарта используют раствор индия с массовой концентрацией 2 мг/ см3.

Основной проблемой анализа РЗЭ атомно-эмиссионным с индуктивно-связанной плазмой методом являются их сложный спектр за счет большого количества электронных переходов, что сильно ограничивает по выбору свободных от интерференций аналитических длин волн. Для решения этой задачи используется подход, который предусматривает нахождение коэффициентов спектральных наложений в модельных растворах и последующий учет спектральных интерференций в исследуемых образцах.

7.2.4.3 В основе масс-спектрального с индуктивно-связанной плазмой (МС-ИСП) метода определения редкоземельных элементов (РЗЭ) лежит использование аргоновой индуктивно связанной плазмы в качестве источника ионов и масс-спектрометра для их разделения и последующего детектирования. Интенсивности ионов с одинаковым отношением массы к заряду измеряются системой регистрации, полученные масс-спектры обрабатываются при помощи компьютерной программы прибора.

Метод МС-ИСП дает возможность проводить одновременное определение всех вышеперечисленных элементов с чрезвычайно низкими пределами определения, величина которых определяется, во-первых, чистотой используемых для сплавления и выщелачивания реактивов, лабораторной посуды и вспомогательного оборудования, и, во-вторых, возможными спектральными интерференциями.

Основные спектральные помехи при анализе проб руды обусловлены наложением оксидных, гидроксидных и гидридных ионов редкоземельных элементов (РЗЭ), в данной методике для их учета используется расчетный метод.

**7.2.5 Общие требования**

7.2.5.1 При проведении анализов применяют: реактивы квалификации «осч», «химически чистый».

Допускается приготовление приведенных ниже растворов реактивов указанных концентраций в необходимых (больших или меньших) объемах.

7.2.5.2 Допускается использование других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования, стандартных образцов, материалов и реактивов, изготовленных по другой технической документации, с характеристиками не хуже, чем приведенные в п. 7.2.6 настоящего стандарта. Средства измерений должны быть поверены.

7.2.5.3 Анализ руды проводят при следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20±5) °C;

относительная влажность окружающего воздуха – не более 80 %;

Перед началом проведения анализа образцы руды, вода для лабораторного анализа и растворы реактивов должны иметь температуру воздуха в помещении.

7.2.5.4 При выполнении анализа следует соблюдать требования охраны труда при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по гигиеническим нормативам ГН 2.2.5.1313-03 [12].

7.2.5.5 К выполнению анализа и обработке его результатов допускаются лица, прошедшие профессиональное обучение, опыт работы в аналитической лаборатории.

Процедуры, осуществляемые в рамках реализации данной методики, могут выполняться несколькими операторами.

**7.2.6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, стандартные образцы, материалы, реактивы**

7.2.6.1 Средства измерений и измерительные принадлежности:

- Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой со следующими техническими характеристиками:

а) спектрометр параллельного действия с оптической схемой Эшелле;

б) разрешение не хуже 10 пкм на длине волны 200 нм;

в) аксиальное наблюдение плазмы.

- Квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно- связанной плазмой.

- Весы аналитические лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

- Весы аналитические лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

- Колбы мерные 1 – 100 (200, 1000) – 2 по ГОСТ 1770.

- Колбы мерные пластиковые вместимостью 100 см3.

- Одноканальный механический дозатор с переменным объемом дозирования 1-10 см3.

- Одноканальный механический дозатор с переменным объемом дозирования 0,1−1 см3.

- Одноканальный механический дозатор с переменным объемом дозирования 0,01−0,1 см3.

7.2.6.2 Вспомогательное оборудование и посуда:

- Муфельная печь камерная лабораторная с регулируемой температурой нагрева не ниже 1100оС.

- Лабораторная нагревательная плита с регулируемым нагревом по ГОСТ 14919.

- Сушильный шкаф с регулируемой температурой нагрева не ниже 100 оС

- Стаканы полиэтиленовые вместимостью100 см3.

- Агатовая ступка с пестиком.

- Тигли платиновые № 100-3 с крышкой по ГОСТ 6563.

- Чашки фарфоровые диаметром 120 мм по ГОСТ 9147.

- Полиэтиленовые пробирки вместимостью 15 см3 и 50 см3.

7.2.6.3 Стандартные образцы состава:

- Одноэлементные стандартные растворы P, Ca, Mn, Fe, Cs, Y, Nb, In, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd c массовой концентрацией 1 г/дм3 и Eu, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc c массовой концентрацией 10 мг/ дм3

- Многоэлементный стандартный раствор Solution A ICP-MS-68 с массовой концентрацией 10 мг/дм3 Al, As, Ba, Be, Bi, B, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Ho, In, Fe, La, Pb, Li, Lu, Mg, Mn, Nd, Ni, P, K, Pr, Re, Rb, Sm, Sc, Se, Na, Sr, Tb, Tl, Th, Tm, U, V, Yb, Y, Zn.

- Многоэлементный стандартный раствор Solution В ICP-MS-68 с массовой концентрацией 10 мг/дм3 Sb, Ge, Hf, Mo, Nb, Si, Ag, Ta, Te, Sn, Ti, W, Zr.

- Стандартные образцы состава руды редкоземельной с аттестованными характеристиками массовых долей определяемых элементов.

7.2.6.4 Реактивы и материалы:

- Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157.

- Азотная кислота концентрированная, осч 27-5 по ГОСТ 11125.

- Соляная кислота концентрированная, осч по ГОСТ 14261.

- Фтористоводородная кислота концентрированная

- Водорода пероксид, осч, по ГОСТ 10929.

- Натрий тетраборнокислый, 10-водный (бура), хч, по ГОСТ 4199.

- Натрий углекислый (сода), хч, по ГОСТ 83.

- Индия оксид (III), хч, по ТУ 6-09-4732-79 [13].

- Вода для лабораторного анализа, 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

**7.2.7 Подготовка к выполнению анализа**

При подготовке к выполнению анализа проводят следующие работы:

7.2.7.1 Для приготовления смеси соды с бурой в соотношении (2:1) в агатовой ступке истирают две массовые части натрия углекислого (соды) и одну часть обезвоженного тетрабората натрия (буры). Полученную смесь тщательно перемешивают в полиэтиленовой банке с завинчивающейся крышкой до однородного состояния.

Смесь должна храниться в сухом месте. Срок хранения один год.

7.2.7.2 Для приготовления раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, к объему воды для лабораторного анализа приливают равный объем концентрированной соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один месяц.

7.2.7.3 Для приготовления смеси азотной и соляной кислот в соотношении (1:3) («царская водка») к трем объемам концентрированной азотной кислоты приливают один объем концентрированной соляной кислоты. Смесь кислот применяется свежеприготовленной, хранению не подлежит.

7.2.7.4 Для измерений АЭС-ИСП методом приготавливают вспомогательные и градуировочные растворы.

Для промывки системы ввода атомно-эмиссионного спектрометра используют раствор азотной кислоты с массовой долей 4%. В мерную колбу вместимостью 100 см3 добавляют 10−15 см3 воды для лабораторного анализа и 4,3 см3 концентрированной азотной кислоты с плотностью 1,4 г/см3, доводят до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Срок хранения до 2 дней.

Для градуировки атомно-эмиссионного спектрометра необходимо приготовить:

- раствор индия с массовой концентрацией 2 мг/см3;

- вспомогательный раствор для разбавления;

- серии градуировочных растворов, состав и массовые концентрации определяемых элементов которых приведены в таблице 4.

Таблица 4 − Состав и массовые концентрации градуировочных растворов определяемых элементов для измерений АЭС-ИСП методом

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Серия градуировочных растворов | Определяемые элементы | Номер и массовые концентрации определяемых элементов в градуировочных растворах, мг/дм3 | | | | |
| 1 | Ce | 1.1 | 1.2 | 1.3 | 1.4 | |
| 1,5 | 3 | 15 | 30 | |
| P | 1,5 | 3 | 15 | 30 | |
| Lu | 0,005 | 0,01 | 0,05 | 0,1 | |
| 2 | Nb | 2.1 | 2.2 | 2.3 | 2.4 | |
| 2,5 | 5 | 25 | 50 | |
| Dy | 0,025 | 0,05 | 0,25 | 0,5 | |
| 3 | Nd | 3.1 | 3.2 | 3.3 | 3.4 | |
| 0,5 | 1 | 5 | 10 | |
| Ho | 0,005 | 0,01 | 0,05 | 0,1 | |
| 4 | Tb | 4.1 | 4.2 | 4.3 | 4.4 | |
| 0,01 | 0,02 | 0,1 | 0,2 | |
| 5 | La | 5.1 | 5.2 | 5.3 | 5.4 | |
| 0,75 | 1,5 | 7,5 | 15 | |
| Er | 0,025 | 0,05 | 0,25 | 0,5 | |
| Sc | 0,01 | 0,02 | 0,1 | 0,2 | |
| 6 | Fe | 6.1 | 6.2 | 6.3 | 6.4 | |
| 5 | 10 | 50 | 100 | |
| Y | 0,15 | 0,3 | 1,5 | 3 | |
| Gd | 0,05 | 0,1 | 0,5 | 1 | |
| Eu | 0,025 | 0,05 | 0,25 | 0,5 | |
| 7 | Ca | 7.1 | 7.2 | 7.3 | 7.4 | 7.5 |
| 0,5 | 1,0 | 5 | 10 | 40 |
| Pr | 0,25 | 0,5 | 2,5 | 5 | - |
| Yb | 0,01 | 0,02 | 0,1 | 0,2 | - |
| 8 | Mn | 8.1 | 8.2 | 8.3 | 8.4 | |
| 2,5 | 5 | 25 | 50 | |
| Sm | 0,1 | 0,2 | 1 | 2 | |
| Tm | 0,01 | 0,02 | 0,1 | 0,2 | |

Методика приготовления вспомогательных и градуировочных растворов для измерений АЭС-ИСП методом приведена в Приложении Б.

7.2.7.5 Для измерений МС-ИСП методом приготавливают вспомогательные и градуировочные растворы.

Для приготовления раствора азотной кислоты с массовой долей 2 % в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 добавляют 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты плотность 1,4 г/см3. Полученный раствор перемешивают, доводят водой для лабораторного анализа до 50 см3 и используют для промывки системы ввода спектрометра и оценки чистоты системы ввода масс-спектрометра. Срок хранения до 2 дней.

Для градуировки масс- спектрометра необходимо приготовить:

- раствор цезия с массовой концентрацией 1 мг/дм3;

- серии градуировочных растворов, состав и массовые концентрации определяемых элементов которых приведены в таблице 5.

Таблица 5 − Состав и массовые концентрации градуировочных растворов определяемых элементов для измерений МС-ИСП методом

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Серия градуировочных растворов | Определяемые элементы | Номер и массовые концентрации определяемых элементов в градуировочных растворах, мкг/дм3 | |
| A | Al, As, Ba, Be, Bi, B, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Ho, In, Fe, La, Pb, Li, Lu, Mg, Mn, Nd, Ni, P, K, Pr, Re, Rb, Sm, Sc, Se, Na, Sr, Tb, Tl, Th, Tm, U, V, Yb, Y, Zn | A-10 | A-20 |
| 10 | 20 |
| B | Sb, Ge, Hf, Mo, Nb, Si, Ag, Ta, Te, Sn, Ti, W, Zr | B-5 | B-10 |
| 5 | 10 |
| F-200 | Y, La, Ce, Pr и Nd | F-100 | F-200 |
| 100 | 200 |
| Nb-500 | Nb | Nb-100 | Nb-500 |
| 100 | 500 |

Методика приготовления вспомогательных и градуировочных растворов для измерений МС-ИСП методом приведена в Приложении В.

В зависимости от состава анализируемых образцов и необходимости учета какой-либо спектральной помехи готовят растворы, содержащие 100 **÷** 1000 мкг/дм3, из одноэлементных стандартных растворов.

В Приложении Е в качестве примера приведена процедура приготовления раствора неодима, необходимого для учета влияния оксидных и гидроксидных полиатомных ионов на определение гадолиния и тербия. Аналогично готовят растворы и других РЗЭ, необходимых для этой цели.

7.2.7.6 Для подготовки раствора анализируемой пробы следует провести процедуру её разложения. С этой целью навеску пробы массой 0,0500 г, истертой до крупности не более 0,045 мм, и навеску смеси соды с бурой (2:1) массой 0,500 г, помещают в платиновый тигель и перемешивают стеклянной палочкой. Накрывают тигель крышкой и помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (1030 ± 20) оС, и сплавляют в течение 20 минут. Затем вынимают тигель с плавом из печи, снимают крышку и плав вращательным движением распределяют по стенкам тигля. После остывания в тигель вносят 5 см3 воды для лабораторного анализа и ставят на плитку, разогретую до температуры 55 оС, на 1 час. Затем дозатором в тигель приливают 1 см3 соляной кислоты, разбавленной (1:1), накрывают крышкой и оставляют на 10 мин. После бурной реакции нейтрализации плав из тигля переносят в стаканчик. Дозатором приливают в стаканчик 10 см3 соляной кислоты, разбавленной (1:1), и 1 см3 пероксида водорода, накрывают часовым стеклом и выдерживают на плитке при температуре 90 оС до полного растворения плава. Параллельно в платиновый тигель приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты и выдерживают на плитке при той же температуре 10 минут. Далее растворы объединяют, переливая и тщательно обмывая стенки платинового тигля. Полученный раствор из стаканчика количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см3, тщательно обмывая водой для лабораторного анализа, дозатором приливают 1 см3 пероксида водорода для стабилизации раствора и 1 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3 в качестве внутреннего стандарта. После остывания доводят объем раствора в мерной колбе до метки водой для лабораторного анализа, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Для приготовления раствора «холостого» опыта выполняют все вышеперечисленные процедуры, но без взятия навески образца.

Полученные растворы анализируемой пробы и «холостого» опыта переливают в полиэтиленовые пробирки и хранят в холодильнике, срок хранения до 7 дней.

За 10-20 часов до начала масс-спектральных измерений полученный раствор дополнительно разбавляют в 20 раз. Для этого в сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 добавляют дозатором 0,2 см3 концентрированной соляной кислоты, 0,3 см3 пероксида водорода, 0,5 см3 раствора пробы и 0,1 см3 промежуточного раствора цезия с массовой концентрацией 1 мг/ дм3в качестве внутреннего стандарта. Объем раствора доводят до 10 см3 водой для лабораторного анализа. Раствор хранят в холодильнике, срок хранения до 2 дней.

Примечание**–** Результат взвешивания массы навески анализируемой пробы вносится в рабочий журнал (рабочий лист) и используется в дальнейших расчетах с четырьмя цифрами после запятой.

7.2.7.7 Подготовку атомно-эмиссионного спектрометра и масс-спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации приборов.

Определение содержания элементов методом АЭС-ИСП проводят при следующих параметрах работы атомно-эмиссионного спектрометра:

выходная мощность генератора - 1300 Вт

расход плазмообразующего потока Ar -14 л/мин

расход вспомогательного потока Ar - 1,2 л/мин;

расход потока Ar в распылителе - 0,7 л/мин;

расход раствора анализируемого образца - 1 мл/мин;

режим наблюдения плазмы – аксиальный;

время экспонирования - 15 сек;

режим измерения - wide range;

число проходов - 3.

Перечень длин волн аналитических линий, используемых для определения элементов, приведен в таблице 6.

Таблица 6 − Перечень длин волн аналитических линий и их краткие характеристики

| Элемент | Длина волны, нм | Тип линии, (I – атом,  II – ион) | Основные спектральные интерференции |
| --- | --- | --- | --- |
| Nb | 309,418 | II | La(309,476); Nd(309,427); V(309,420); Y(309,377) Ce(309,395) |
| 316,340 | II | Ce(316,335); Pr(316,374) |
| La | 384,902 | II | Ce(384,907); Dy(384,940); Nd(384,823); Pr(384,833); Sm(384,881); Tb(384,875); Zr(384,925); Hf(384,952) |
| 398,852 | II | Ce(398,852; 388,944); Nb(398,816); Nd(398,881) |
| 408,672 | II | Ce(408,677; 408,642); Nd(408,582); Pr(408,624); Sr(408,734) |
| Ce | 418,660 | II | Ti(418,612); Zr(418,669); Nd(418,631) |
| 456,236 | II | Pr(456,313); La(456,250); Ti(456,263); Nd(456,234) |
| Pr | 417,939 | II | Ce(417,929); Nd(417,959); Zr(417,981) |
| Nd | 430,358 | II | Ce(430,373); Fe(430,317); Pr(430,359) |
| Sm | 442,434 | II | Ce(442,431); Nd(442,434); Ti(442,440); Pr(442,460); Nb(442,466) |
| Eu | 381,967 | II | Ce(381,953); Nd(381,970); Sm(381,938) |
| 412,970 | II | Ba(413,066); Ce(412,992); Nb(412,993;412,943); Nd(412,987);Sm(412,999) |
| Gd | 335,047 | II | Ce(335,068); Er(335,026); Nd(335,049);Ti(335,055) |
| Tb | 350,917 | II | Ce(350,925); Sm(350,912); Zr(350,932) |
| Dy | 353,170 | II | Ce(335,159); Er(353,126); Mn(353,200); Nd (335,171); |
| Ho | 345,600 | II | Pr(345,597); Zr(345,591); Ti(345,639); Sm(345,611) |
| Er | 349,910 | II | Nd(349,902); Pr(349,909); Ti(349,910) |
| Tm | 346,220 | II | Ce(346,223); Nd(346,175) Fe(346,236); Ca(346,262) La(346,232) |
| Yb | 328,937 | II | Ce(328,928); Fe(328,935); Nb(328,955); Nd(328,953); Ti(328,889); V(328,939) |
| 369,419 | II | Ce(369,417); Fe(369,401); La(369,427); Nd(369,479); Sm(369,400); Ti(369,445) |
| Lu | 261,542 | II | Fe(261,546) |
| Y | 324,228 | II | Ce(324,214); Nb(324,253); Ti(324,199); Zr(324,216); Th(324,226) |
| 360,073 | II | Ce(360,058); Dy(360,034); Nd(360,092); Pr(360,075); Sm(360,125);Th(360,043) |
| 371,030 | II | La(371,059); Nb(371,045); Nd(371,155); Sm(371,087)  Ce(370,093); Ti(370,996); Pr(371,110) |
| P | 213,618 | I | - |
| 214,914 | I | Nb(214,903) |
| Sc | 361,384 | II | Ce(361,370); Gd(361,441); Nd(361,324); Pr(361,370); Th(361,401); Zr(361,370) |
| 363,075 | II | Ce(363,079); Sm(363,067); Nd(363,102); Nb(363,062); Ca(363,075) |
| Ca | 396,847 | II | Dy(396,839);  Th(396,848) |
| 317,933 | II | - |
| 315,887 | II | - |
| Mn | 257,610 | II | - |
| 260,569 | II | Fe(260,565) |
| Fe | 233,280 | II | Nb(233,288) |
| 234,349 | II | - |
| In | 230,606 | II | - |

Масс-спектральное определение содержания элементов проводят при следующих параметрах работы масс-спектрометра:

выходная мощность генератора - 1250 Вт;

расход плазмообразующего потока Ar - 13 л/мин;

расход вспомогательного потока Ar - 0,9 л/мин;

расход потока Ar в распылителе - 0,94 л/мин;

расход анализируемого образца - 0,8 мл/мин;

разрешение - 0,8 M.

Основные параметры измерения масс-спектров

обзорное сканирование: число проходов - 5, время измерения в точке - 0,6 мс, каналы на массу - 10, продолжительность измерения - 6 с;

измерение по точкам: число проходов - 25, время измерения в точке - 10 мс, каналы на массу - 1, продолжительность измерения - 34 с.

Перечень изотопов, используемых для определения элементов (компонентов), приведен в таблице 7.

Таблица 7 − Перечень изотопов, используемых для определения элементов (компонентов)

| Элемент | Изотоп | Распространенность, % | Основные мешающие ионы  (для изобар в скобках приведена распространенность в %) |
| --- | --- | --- | --- |
| Nb | 93Nb | 100 | 53Cr40Ar |
| La | 139La | 99,9 | 138BaH+, 123Sb16O+ |
| Ce | 140Ce | 88,5 | 139LaH+, 124Sn16O+ |
| Pr | 141Pr | 100 | 140CeH+, 125Te16O+ |
| Nd | 143Nd  145Nd  146Nd | 12,2  8,3  17,2 | 142CeH+  144SmH+  130Ba16O+, |
| Sm | 147Sm  149Sm | 15,0  13,8 | 130Ba16OH+, 146NdH+  132Ba16OH+, 148NdH+ |
| Eu | 151Eu  153Eu | 47,8  52,2 | 134Ba16OH+, 135Ba16O+  136Ba16OH+, 137Ba16O+ |
| Gd | 160Gd | 21,9 | 160Dy+(2.34), 144Nd16O+, 144Sm16O+ |
| Tb | 159Tb | 100 | 143Nd16O+ |
| Dy | 161Dy  163Dy  164Dy | 18,9  24,9  28,2 | 145Nd16O+  147Sm16O+  164Er+(1.61), 148Sm16O+ |
| Ho | 165Ho | 100 | 149Sm16O+ |
| Er | 167Er  168Er | 23,0  26,8 | 151Eu16O+  168Yb+(0.13), 152Sm16O+, 152Gd16O+ |
| Tm | 169Tm | 100 | 153Eu16O+ |
| Yb | 171Yb  172Yb  174Yb | 14,3  21,9  31,8 | 155Gd16O+  156Gd16O+, 156Dy16O+  174Hf+, 158Gd16O+, 158Dy16O+ |
| Lu | 175Lu | 100 | 159Tb16O+ |
| Y | 89Y | 100 | 49Ti40Ar, 88SrH+ |
| Cs | 133Cs | 100 | 116SnО |

7.2.7.8 Градуировку атомно-эмиссионного спектрометра и масс-спектрометра проводят перед началом измерений серии подготовленных проб руды в соответствии с инструкцией на приборы с соблюдением параметров, приведенных в п.7.2.7.7.

Для построения градуировочных характеристик используют градуировочные растворы, элементный состав и массовые концентрации которых приведены в таблицах 3 (для АЭС-ИСП) и 4 (для МС-ИСП).

Измерения градуировочных растворов проводят в порядке возрастания массовых концентраций определяемых элементов. В качестве нулевого раствора для АЭС-ИСП измерений используют вспомогательный раствор для разбавления, для МС-ИСП - раствор азотной кислоты с массовой долей 2%.

7.2.7.9 Контроль стабильности градуировочных характеристик в методе АЭС-ИСП проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются приготовленные растворы для градуировки (не менее трех растворов, отвечающих по массовой концентрации определяемого элемента приблизительно началу, середине и концу градуировочной характеристики).

Градуировочные характеристики считают стабильными при выполнении для всех определяемых элементов каждого раствора для градуировки следующего условия:

(1)

где *С* – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном растворе, мг/дм3;

*С0* – приписанное (расчетное) значение массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном растворе, мг/дм3;

*К* – относительное значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики, которое приведено в таблице 8.

Таблица 8 − Относительное значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики *К*

|  |  |
| --- | --- |
| Массовая концентрация определяемых элементов в градуировочных растворах, мг/дм3 | Относительное значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики *K* |
| от 0,005 до 0,010 вкл. | 0,10 |
| св. 0,010 до 5,0 вкл. | 0,08 |
| св. 5,0 до 50 вкл. | 0,06 |
| св. 50 до 100 вкл. | 0,02 |

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо приготовить и выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (давления и расхода газа, засорением распылителя и т.д.), выясняют причины. После устранения несоответствий строят новые градуировочные характеристики.

Для контроля стабильности градуировочных характеристик в методе МС-ИСП, а также последующего учета изменений чувствительности масс-спектрометра используют добавку внутреннего стандарта цезия (Cs). В каждый измеряемый раствор анализируемого образца на стадии конечного разбавления вводят дополнительно Cs, массовая концентрация которого составляет 10 мкг/дм3. Контроль стабильности градуировочных характеристик осуществляет оператор, сравнивая введенную массовую концентрацию Cs и экспериментально определенную концентрацию Cs в измеренном образце, рассчитанному по последнему градуировочному блоку. Градуировочные характеристики считают стабильными, если измеренное в образце содержание внутреннего стандарта (Cs) отклоняется не более чем на 25% отн. от его введенного количества.

Отклонение в измеренном значении внутреннего стандарта более 25% отн., может быть связано со многими причинами и требует проведения новой градуировки масс-спектрометра путем измерения всех градуировочных растворов. Обычно это связано с осаждением матричных элементов на рабочих поверхностях конусов интерфейса, что приводит к уменьшению его пропускной способности. Величина этого эффекта зависит не только от природы и концентрации матричных элементов, но и от состояния поверхности конусов интерфейса. Обычно возможно измерение 40÷80 растворов анализируемых образцов между двумя градуировками.

**7.2.8 Выполнение измерений**

Выполнение измерений массовой концентрации определяемых элементов в растворах анализируемых проб и «холостого» опыта проводят после выполнения подготовительных процедур по п.7.2.7.

Для каждого раствора выполняется три измерения сигнала и в программном обеспечении спектрометров вычисляется среднее арифметическое значение массовой концентрации элемента, которое является результатом единичного определения.

**7.2.9 Обработка (вычисление) результатов измерений**

7.2.9.1 При обработке (вычислении) результатов измерений АЭС-ИСП методом для получения достоверных результатов необходимо учесть спектральные интерференции – наложения от матрицы образца. В таблице 5 представлены основные спектральные наложения на используемых в методике длинах волн определяемых элементов. Для этого сначала экспортируются измеренные содержания от градуировочных растворов, которые не содержат элементы с взаимным спектральным влиянием, а также не содержат два интерферирующих элемента на один. Затем рассчитываются коэффициенты спектральных наложений по формуле:

, (2)

где Сm(Int.) – вклад интерферирующего элемента на длине волны определяемого элемента, мг/дм3;

Сm(St) – массовая концентрация интерферирующего элемента в градуировочном растворе, мг/дм3;

N(Int) – число длин волн интерферирующего элемента.

Далее для расчета содержаний определяемых элементов рассчитывают систему линейных уравнений (СЛУ), которую можно представить в виде следующей матрицы:

, (3)

где *am* - коэффициенты, рассчитанные по формуле (2);

*xn* – искомые массовые концентрации, мг/дм3;

*bn* – найденные по градуировочной характеристике массовые концентрации без учета спектральных наложений, мг/дм3.

После решения СЛУ для каждого элемента усредняют полученные результаты по длинам волн. Для низких содержаний отдают предпочтение более чувствительным длинам волн. Если при одинаковой чувствительности длин волн, полученные результаты расходятся более чем на 5 отн. %, то необходимо проверить эти длины волн на предмет спектральных интерференций и отдавать приоритет максимально свободной от наложений линии, после чего необходимо заново пересчитать СЛУ с измененным числом строк и столбцов.

Расчет массовой доли каждого определяемого элемента , в %, проводят по формуле:

, (4)

где *xn*– найденная массовая концентрация определяемого элемента после решения СЛУ (3) и усреднения, мг/дм3;

*V*– вместимость мерной колбы, cм3;

*m* – масса навески, мг.

Для элементов, которые указаны в оксидной форме в таблице 3, необходимо пересчитать в оксиды перед выдачей результатов.

7.2.9.2 При обработке (вычислении) результатов измерений МС-ИСП методом расчет содержания элементов в анализируемых растворах проводят с использованием программного обеспечения масс-спектрометра.

Расчет проводят в три этапа:

- в рамках программного обеспечения масс-спектрометра по градуировочным характеристикам рассчитывают промежуточные значения массовых концентраций элементов по изотопам, приведенным в таблице 6, в анализируемых растворах и растворе «холостого» опыта;

- корректируют полученные значения массовых концентраций элементов в анализируемых образцах и растворе «холостого» опыта на величину Ккорр

,(5)

где СCs(изм.) – измеренное значение массовой концентрации внутреннего стандарта (133Cs), мкг/дм3;

СCs(расч.) - расчетное значение массовой концентрации внутреннего стандарта (133Cs), мкг/дм3.

- проводят проверку влияния на результаты измерений возможных полиатомных интерференций и, при необходимости, их учет, а также объединяют результаты измерения содержания элементов, определенные по двум и более изотопам;

- рассчитывают массовые доли элементов в анализируемых пробах.

Для учета или устранения спектральных интерференций применяют расчетный метод с использованием вспомогательных растворов, приготовленных по Приложению Е.

При использовании расчетного метода интенсивность сигнала ионов определяемого элемента ‘i” на какой-либо массе можно представить как:

, (6)

где *I общ*. – суммарная интенсивность сигнала на этой массе;

*Ij(Cj,kj)* – интенсивность полиатомного иона «j» с тем же m/Z.

Интенсивность полиатомного иона Ij(Cj,kj) зависит от содержания элемента в анализируемом растворе (Cj), из которого образуется полиатомный ион, и от степени образования этих ионов (kj). Отметим, что полиатомных ионов с примерно одинаковым m/Z может быть несколько, что и учитывает приведенная в этом пункте формула.

Чтобы определить вклад мешающего полиатомного иона в общую интенсивность имеется несколько стандартных подходов в зависимости от природы полиатомного иона и изотопного состава определяемого и мешающего элемента. В данной методике используют подход, основанный на экспериментальном определении величины kj путем измерения вместе с анализируемыми образцами модельный раствор, содержащий определенное количество элемента “j” и не содержащий определяемый элемент. Измеряя интенсивность (I) на соответствующих ионам определяемого элемента значениям m/Z рассчитывается величина kj. Зная величину kj и содержание элемента “j” в образце и вспомогательном растворе легко рассчитать вклад соответствующего мешающего иона в суммарный сигнал Ij(Cj,kj). Именно таким образом в данной методике учитывается вклад оксидных и гидроксидных ионов при использовании 151Eu (134Ba16OH+, 135Ba16O+), 153Eu (136Ba16OH+, 137Ba16O+), 160Gd (160Dy+(2,34), 144Nd16O+, 143Nd16OН+, 144Sm16O+), 159Tb (143Nd16O+), 163Dy (146Nd16OН+, 147Sm16O+) и 164Dy (164Er+(1,61), 148Nd16O+, 148Sm16O+).

Затем проводят объединение результатов измерения массовой концентрации элемента, определенного по двум и более изотопам. При этом за результат измерения принимают среднее арифметическое по всем используемым изотопам, свободным от спектральных помех.

Расчет массовой доли каждого определяемого элемента , в %, проводят по формуле:

(7)

где *xn* –массовая концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/дм3;

0,008 - коэффициент, учитывающий массу анализируемого образца (50 мг), вместимость мерной колбы (200 см3) и разбавление в 20 раз.

7.2.9.3 После обработки результатов измерений определяемых элементов, приведенных в таблице 9, необходимо провести объединение результатов, полученных двумя методами (АЭС-ИСП и МС-ИСП).

Таблица 9 − Элементы, определяемые АЭС-ИСП и МС-ИСП методами, и диапазоны их измерений

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Определяемый элемент (компонент) | | Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % |
| Ниобий в пересчете на оксид | Nb2О5 | 0,020 – 30,0 |
| Лантан | La | 0,0050 – 10,0 |
| Церий | Ce | 0,010 – 20,0 |
| Празеодим | Pr | 0,010 – 2,0 |
| Неодим | Nd | 0,010 – 5,0 |
| Самарий | Sm | 0,0020 – 0,50 |
| Европий | Eu | 0,0020 – 0,20 |
| Гадолиний | Gd | 0,010 – 0,50 |
| Тербий | Tb | 0,010 – 0,10 |
| Диспрозий | Dy | 0,010 – 0,50 |
| Гольмий | Ho | 0,0020 – 0,050 |
| Эрбий | Er | 0,0050 – 0,20 |
| Тулий | Tm | 0,0010 – 0,020 |
| Иттербий | Yb | 0,0020 – 0,10 |
| Лютеций | Lu | 0,0050 – 0,020 |
| Иттрий | Y | 0,0020 – 2,0 |

На этой стадии осуществляется межметодный контроль правильности измерений атомно-эмиссионного и масс-спектрального методами по указанным элементам с учетом уровня их содержаний. Для этого проводят сравнение двух величин

,  (8)

|  |
| --- |
| где CАЭС-ИСП и СМС-ИСП – результаты определения элемента в анализируемой пробе АЭС-ИСП и МС-ИСП методами, массовые доли, %;  ΔАЭС-ИСП и ΔМС-ИСП – границы погрешности определения элемента в анализируемом растворе АЭС-ИСП и МС-ИСП методами, приведенные в таблицах А1, А2 (Приложение А), массовые доли, %. |

Если , результаты МС-ИСП и АЭС-ИСП согласуются между собой.

Если , результаты МС-ИСП и АЭС-ИСП между собой не согласуются и выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

7.2.9.4Для элементов, представленных в таблице 8, принимают средний результат единичных определений АЭС-ИСП и МС-ИСП в пробе.

За окончательный результат анализа для элементов, приведенных в таблице 10, принимают результат единичного АЭС-ИСП определения в образце пробы.

Таблица 10 − Элементы, определяемые АЭС-ИСП методом, и диапазоны их измерений

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Определяемый элемент (компонент) | | Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % |
| Скандий | Sc | 0,0050 – 0,10 |
| Фосфор в пересчете на оксид | Р2O5 | 1,0 – 40,0 |
| Кальций в пересчете на оксид | CaO | 0,20 – 20,0 |
| Марганец | Mn | 0,010 – 20,0 |
| Железо | Fe | 0,50 – 40,0 |

Для элементов, приведенных в таблице 11, принимают результат единичного МС-ИСП определения в образце пробы.

Таблица 11 − Элементы, определяемые МС-ИСП методом, и диапазоны их измерений

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Определяемый элемент | | Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, % |
| Лантан | La | 0,0020 – 0,0050 |
| Церий | Ce | 0,0050 – 0,010 |
| Празеодим | Pr | 0,0050 – 0,010 |
| Неодим | Nd | 0,0020 – 0,010 |
| Гадолиний | Gd | 0,0020 – 0,010 |
| Тербий | Tb | 0,0010 – 0,010 |
| Диспрозий | Dy | 0,0020 – 0,010 |
| Гольмий | Ho | 0,0010 – 0,0020 |
| Эрбий | Er | 0,0010 – 0,0050 |
| Тулий | Tm | 0,00050 – 0,0010 |
| Иттербий | Yb | 0,0010 – 0,0020 |
| Лютеций | Lu | 0,00050 – 0,0050 |

7.2.9.5 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности проводят с использованием рабочих проб при вариации различных факторов (время, исполнители, реактивы, оборудование и т.п.) путем сравнения результата контрольной процедуры *Dк*, равного расхождению двух результатов измерений (первичного - *С1* и повторного - *С2*) массовой доли элемента (компонента) в одной и той же пробе с нормативом (пределом) контроля *Rл*, приведенным в Приложении А.

Внутрилабораторную прецизионность признают удовлетворительной, если:

(9)

Выбор значения *Rл* проводят по величине

При превышении норматива оперативного контроля анализ повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

При необходимости исполнитель анализа выполняет контроль повторяемости результатов. Предел повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений лаборатория устанавливает при внедрении методики. Предел повторяемости не должен превышать предел внутрилабораторной прецизионности (Приложение А).

При превышении предела повторяемости анализ повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

**7.2.10 Оформление результатов измерений**

Результат измерений массовой доли определяемых элементов (компонентов) в руде представляют в виде:

,

где С – результат определения массовой доли элемента, %;

 – доверительные границы погрешности измерений, массовая доля, %, приведены в Приложении А.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение доверительных границ погрешности (Р=0,95).

**7.2.11 Контроль точности результатов измерений**

Образцами для контроля точности являются стандартные образцы (СО) или аттестованные смеси (АС), близкие по составу к анализируемым пробам. Погрешность аттестованного значения стандартного образца должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

Алгоритм проведения оперативного контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры *KK*, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля - *С* и его аттестованным значением - *С0*, с нормативом контроля *К.*

Точность контрольного измерения *С* признают удовлетворительной, если:

(10)

где С - результат определения массовой доли элемента, %;

С0 – значение аттестованной характеристики в образце для контроля, %

Норматив контроля погрешности (точности) *К* вычисляют по формуле:

(11)

Значения Δ приведены в Приложении А. Выбор значения Δ проводят по значениям *С0*.

При невыполнении условия (10) точность контрольного определения С признают неудовлетворительной и анализ повторяют. При повторном невыполнении условия, процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Оперативный контроль точности проводят с каждой партией проб, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

**7.3 Определение полезных компонентов и примесей** рентгеноспектральным **флуоресцентным (РСА) методом анализа**

**7.3.1 Последовательность (этапы) работ**

Определение ниобия, редкоземельных элементов (лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция), иттрия, скандия, марганца и железа рентгеноспектральным флуоресцентным методом выполняется в следующей последовательности:

- изготовление излучателей анализируемых проб, стандартных образцов и искусственных смесей,

- измерение содержаний Nb, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y, Sc, Mn и Fe в приготовленных излучателей стандартных образцов и искусственных смесей для построения градуировочных характеристик и учета наложения характеристических линий других элементов на аналитические линии определяемых элементов,

- измерение содержаний анализируемых элементов (компонентов) в пробах,

- оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности и правильности.

Общие требования в соответствии с п. 7.2.5.

**7.3.2 Диапазоны измерений содержаний определяемых элементов**

Диапазоны содержаний определяемых элементов (компонентов) приведены в таблице 12.

Таблица 12 − Перечень и диапазоны измерений определяемых элементов и их оксидов рентгеноспектральным флуоресцентным методом анализа

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Определяемый элемент (компонент) | | Диапазоны измерений массовой доли элемента (компонента), % |
| Ниобий в пересчете на оксид | Nb2О5 | 0,10 – 30,0 |
| Лантан | La | 0,10 – 10,0 |
| Церий | Ce | 0,10 – 20,0 |
| Празеодим | Pr | 0,020 – 1,0 |
| Неодим | Nd | 0,050– 5,0 |
| Самарий | Sm | 0,010 – 0,50 |
| Европий | Eu | 0,0020 – 0,20 |
| Гадолиний | Gd | 0,010 – 0,50 |
| Тербий | Tb | 0,0010 – 0,10 |
| Диспрозий | Dy | 0,0050 – 0,50 |
| Гольмий | Ho | 0,0020 – 0,10 |
| Эрбий | Er | 0,0020 – 0,20 |
| Тулий | Tm | 0,0010 – 0,020 |
| Иттербий | Yb | 0,0020 – 0,10 |
| Лютеций | Lu | 0,0010 – 0,020 |
| Иттрий | Y | 0,010 – 2,0 |
| Скандий | Sc | 0,0050 – 0,10 |
| Железо | Fe | 1,0 – 10,0 |
| Марганец | Mn | 0,020 – 1,0 |

**7.3.3 Характеристики погрешности измерений**

Значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений массовой доли определяемых элементов (компонентов) (при Р=0,95) РСА методом анализа приведены в Приложении А.

**7.3.4 Сущность метода анализа**

Измерения массовых долей определяемых элементов в редкометалльных и редкоземельных рудах проводят рентгеноспектральным флуоресцентным методом. Настоящий метод основан на зависимости интенсивности характеристических линий флуоресценции элемента от его массовой доли в пробе. Возбуждаемое первичным рентгеновским излучением характеристическое излучение от элементов пробы разлагается в спектр с последующим измерением аналитических сигналов и определением массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

Для возбуждения рентгеновской флуоресценции используется смешанное первичное излучение рентгеновской трубки с родиевым анодом мощностью 4 кВт и бериллиевым окном толщиной 75 мкм.

В качестве аналитических линий определяемых элементов используются спектральные линии, приведенные в Приложении Д. Там же приведены условия измерения их интенсивностей. Для уменьшения фона под линиями Nb используется фильтр для первичного излучения из медно-цинкового сплава толщиной 100 мкм, для Y − алюминиевый фильтр толщиной 200 мкм.

Для выбора местоположений фонов на последовательном рентгеновском спектрометре с волновой дисперсией следует снять спектр флуоресцентных линий стандартного образца состава редкоземельной руды НФС-23 (ОСО 250-91) в диапазоне от Mo *Kβ*1-линии до P *Kα*1-линии и визуально отметить точки спектра, где наблюдаются четко выраженные минимумы интенсивностей. Эти точки принять как фоновые для ближайших аналитических линий определяемых элементов (может быть один фон для линий нескольких элементов). Спектральное положение пиков аналитических линий *Xi* и точекфона *Xф1i* и *Xф2i* приведено в Приложении Ж.

Для учета влияния общего состава пробы на результаты анализа используется способ стандарта-фона, где в качестве стандарта используется интенсивность некогерентно рассеянного пробойRh *Kβ*-C излучения характеристической линии материала анода рентгеновской трубки.

Масса навески пробы анализируемого материала должна быть достаточной, чтобы изготовить излучатель с толщиной слоя, обеспечивающей “насыщенный слой”.

Расчёт интенсивности фона под аналитической линией (*Iфi*) производится по формуле:

*Iфi = F1i ⋅ Iф1i + F2i ⋅ Iф2i*, (12)

где *F1i = ( Xi* – *Xф2i ) / ( Xф1i* – *Xф2i )* - результат расчета, приведенный в Приложении Е;

*F2i = ( Xi* – *Xф1i ) / ( Xф2i* – *Xф1i* - результат расчета, приведенный в Приложении Е;

*Iф1i* и *Iф2i*  – измеренные интенсивности в фоновых точках *Xф1i*  и *Xф2i* *i*-го элемента, соответственно.

Для определения массовых долей элементов в анализируемой пробе измеряют интенсивности аналитической линии рентгеновского флуоресцентного излучения каждого определяемого *i-*го элемента (*I2,i*, имп/с), интенсивности фонов в заданных фоновых точках (Приложение Е) и интенсивности некогерентно рассеянного первичного излучения характеристической линии родиевого анода рентгеновской трубки (*Iнк*,имп/с).

При вычислении содержания определяемых элементов(компонентов) в расчётной формуле используют приведенные интенсивности, рассчитанные по формуле:

 (13)

где *I2,i* – интенсивность рентгеновского флуоресцентного излучения аналитической линии каждого определяемого *i-*го элемента, имп/с;

*Iфi* – интенсивность фона под аналитической линией, вычисленная по формуле (12), имп/с;

*Iнк*, – интенсивность некогерентно рассеянного первичного излучения характеристической линии родиевого анода рентгеновской трубки, имп/с.

Спектральные линии мешающих элементов, содержащихся в пробе, дают вклад в интенсивности аналитических линий и интенсивности в точках фона определяемых элементов. Для учёта наложения спектральных линий мешающего *j*-го элемента на аналитическую линию определяемого *i*-го элемента используются коэффициенты наложения *Bij*, которые определяются экспериментально. Для этого следует приготовить согласно п.7.3.6.5 искусственные смеси (ИС) на основе диоксида кремния (SiO2), в каждую ИС внести только один мешающий *j*-й элемент (моноэлементные смеси). Необходимо измерить интенсивности аналитической линии и фона *i*-го элемента (в положениях *Xi*, *Xф1i*, *Xф2i* из Приложения И) и аналитической линии и фона *j*-го элемента (в положениях *Xj*, *Xф1j*, *Xф2j* из Приложения И) в каждой из приготовленных моноэлементных ИС. Коэффициенты наложения *Bij* рассчитываются по формуле:

*Bij* = *Ii* / *Ij* (14)

где *Ii*, *Ij* − преобразованные интенсивности определяемых *i-*го и *j*-го элементов, вычисленные по формуле (13), имп/с.

При прямом наложении линии мешающего элемента на аналитическую линию определяемого элемента коэффициент *Bij* > 0, при наложении в положение фонов, используемых для расчета фона под аналитической линией, коэффициент *Bij* < 0.

Кроме того, определение массовой доли анализируемого элемента (компонента) должно учитывать наличие краев поглощения мешающих элементов с длинноволновой стороны от аналитической линии (эффект селективного поглощения) и характеристических линий мешающих элементов с коротковолновой стороны от края поглощения аналитической линии определяемого элемента (эффект селективного возбуждения). Элементы, характеристические линии которых расположены между некогерентно рассеянной *Кβ*-линией родия и аналитическими линиями анализируемых элементов, также мешают достоверному определению их массовой доли (например, большие концентрации Nb, Zr, Y и Sr). В этом случае вторичное рентгеновское излучение упомянутых элементов, наравне с излучением родия, участвует в возбуждении аналитических линий других определяемых элементов.

В Приложении Ж приведены значения величин энергии аналитических линий определяемых элементов и их края поглощения (в кэВ), а также края поглощения и характеристические линии мешающих элементов (в кэВ).

В данной методике для учета всех вышеперечисленных эффектов влияния используется метод α-коррекции, когда концентрации элементов определяются по уравнениям связи, в которых применяется математическая модель формирования аналитического сигнала. Численные значения коэффициентов влияния устанавливаются экспериментально на ИС известного состава. Состав таких смесей должен быть близок к составу анализируемых проб. Способ приготовления искусственных смесей приведен в пп. 7.3.6.4, 7.3.6.5.

Для расчета массовых долей определяемых элементов (*Сi*, %) по преобразованным интенсивностям используется линейная калибровочная модель, в основу которой положено уравнение Лукас-Туса и Прайса [3]:

, (15)

где *Ii* , *Ij* − преобразованные интенсивности определяемых *i-*го и *j*-го элементов, вычисленные по формуле (13), имп/с;

*Bi* – поправка, которая учитывает возможное превышение интенсивности аналитической линии над фоном при содержании определяемого элемента *Сi* = 0 или «отрицательную» интенсивность аналитической линии, что связанно с погрешностью выбора точек фона;

*Bij* – коэффициенты наложения спектральных линий *j*-го элемента на аналитическую линию или на положение фона определяемого *i*-го элемента;

*Ki* – коэффициенты, определяющие концентрации элементов в образце как функции преобразованных интенсивностей их аналитических линий;

*Kij*– коэффициенты влияния, учитывающие взаимные матричные эффекты селективного поглощения и/или возбуждения аналитической линии определяемого *i*-го элемента в присутствии *j*-го элемента, наличие элементов с высокой концентрацией, характеристические линии которых находятся между аналитической линией определяемого элемента и некогерентно рассеянной *Кβ*-линией родия, а также уменьшение интенсивностей всех аналитических линий в присутствии больших содержаний (> 10 %) породообразующих элементов (P, Ca, Ti, Mn, Fe, Ba).

Коэффициенты *Bi*, *Bij*, *Ki* и *Kij* определяются экспериментально.

**7.3.5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, стандартные образцы, материалы, реактивы**

7.3.5.1 Средства измерений и измерительные принадлежности:

- Последовательный вакуумный рентгенофлуоресцентный спектрометр с волновой дисперсией в комплекте с рентгеновской трубкой с родиевым анодом мощностью 4 кВт.

- Весы аналитические лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

- Весы аналитические лабораторные среднего класса точности по ГОСТ Р 53228.

7.3.5.2 Вспомогательное оборудование и посуда:

- Пресс электромеханический или ручной, обеспечивающий прилагаемое усилие не менее 70 кН (7 тонн).

- Пресс-форма для формирования прессованных излучателей (таблеток) диаметром 40 мм.

- Шкаф сушильный с регулируемой температурой нагрева не ниже 110оС

- Лабораторная нагревательная плита с регулируемым нагревом по ГОСТ 14919.

- Тигли фарфоровые низкие № 5 по ГОСТ 9147.

- Стакан лабораторный стеклянный В-1 1000 см3 ТХС по ГОСТ 25336.

- Колба коническая вместимостью 500 см3 ТХС по ГОСТ 25336.

- Капельница стеклянная 2−50ХС, ГОСТ 25336.

- Палочки стеклянные длиной 220 мм, диаметром 4 мм из стекла ХС 1 по ГОСТ 21400.

7.3.5.3 Стандартные образцы состава:

- Стандартные образцы (ГСО или ОСО) состава горных пород, редкоземельных и редкометалльных руд с аттестованными характеристиками массовых долей определяемых элементов (компонентов):

-руда редкоземельная НФС-23 (ОСО 250-91);

- гранит апатитовый щелочной СГ-3 (ГСО 3333-85);

- апатит AP (ГСО 2463-82);

- концентрат апатитовый АК (ОСО 361-07);

- руда марганцевая 44-г (ОСО 291-00, ОСО 342-07);

- карбонатит (ГСО 4390-88);

- Искусственные смеси (ИС) на основе диоксида кремния с заданным содержанием каждого отдельного присутствующего в пробах элемента (моноэлементные смеси), приготовленные по п.7.3.6.4, которые используются для настройки спектральных каналов и определения коэффициентов наложения характеристических линий других элементов на аналитическую линию определяемого элемента. Для проверки постоянства коэффициентов наложения рекомендуется готовить две таких смеси для каждого элемента, содержащие максимальное и половинное от максимального значения массовой доли определяемого элемента (компонента) из его диапазона определения, указанного в таблице 10. Примеры таких смесей приведены в таблице З1 Приложения З.

- Искусственные смеси (ИС) для определения коэффициентов учета эффектов влияния, специально приготовленные согласно п. 7.3.6.5 и по химическому составу приближенные к составу анализируемых проб. Примеры таких ИС приведены в таблицах З2 и З3 Приложения З.

- контрольные пробы (КП) редкометалльных и редкоземельных руд (КП) известного состава для оперативного контроля погрешности правильности результатов измерений, проанализированные стандартизованными или аттестованными методиками химического анализа и соответствующие по составу и физико-химическим свойствам анализируемому материалу.

При значительных изменениях состава анализируемых проб необходимо использовать несколько СО и КП различного химического состава.

7.3.5.4 Реактивы и материалы:

- Поливиниловый спирт ПВС по ГОСТ 10779.

- Ткань хлопчатобумажная (бязь) по ГОСТ 29298.

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

- Спирт этиловый по ГОСТ 5962

- Диоксид кремния крупностью не более 0,045мм (300 меш).

- Оксиды или углекислые соли редких, редкоземельных и радиоактивных элементов марки «х.ч.» или «ч.д.а.»

**7.3.6 Подготовка к выполнению анализа**

При подготовке к выполнению анализа проводят следующие работы

7.3.6.1 Для приготовления клея с массовой долей поливинилового спирта (ПВС) 4% в стакан вместимостью 1000 см3 наливают 480 см3 дистиллированной воды, ставят на плитку, нагретую до 100 °С и доводят до кипения. В кипящую воду небольшими порциями при постоянном помешивании вносят навеску поливинилового спирта (ПВС) массой 20 г. Кипятят 2–3 минуты до полного растворения ПВС. Затем снимают стакан с плитки и, периодически помешивая, не давая образоваться комкам и пленке на поверхности, охлаждают клей. Готовый клей переливают в коническую колбу с притертой крышкой, при необходимости процеживая через бязь.

7.3.6.2 Все анализируемые пробы, искусственные смеси и стандартные образцы, используемые для получения градуировочных характеристик спектрометра, должны иметь одинаковую крупность.

Пробы истирают до крупности 0,045 мм (300 меш). Влажные пробы предварительно просушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

Подготовленные порошкообразные пробы, СО, ИС прессуются в излучатели (таблетки). В случае, если собственные связующие свойства порошка пробы недостаточны, то используется связующий компонент, приготовленный по п 7.3.6.1 из расчета 1 капля клея на 1 г порошка (пробы, СО, ИС).

7.3.6.4 Приготовление искусственных смесей (ИС)

Для определения коэффициентов наложения *Bij* и коэффициентов учета селективных эффектов *Kij* готовятся искусственные смеси с использованием стандартных образцов и химических реактивов.

Навески СО и реактивов, взятые на весах специального класса точности, смешиваются под слоем чистого этилового спирта до полного его испарения; смешивание повторяют 3 раза. Объем расходуемого спирта при каждом таком смешивании равен объему приготавливаемой ИС. Массы навесок для приготовления ИС приведены в таблицах З1 и З2 Приложения З, их состав приведен в таблицах З1 и З3.

Излучатели из стандартных образцов и искусственных смесей готовят по п 7.3.6.5.

7.3.6.5 Подготовка образцов анализируемых проб к выполнению измерений

Навеску пробы массой 10 г, взятую на весах среднего класса точности, помещают в фарфоровый тигель, с помощью капельницы добавляют 10 капель клея и перемешивают стеклянной палочкой в течение 30–90 секунд до получения однородной консистенции без комочков. Далее пробу пересыпают из тигля в пресс-форму диаметром 40 мм и прессуют прессом в таблетку под усилием не менее 70 кН (7 т). Перед анализом полученные таблетки сушат в сушильном шкафу при температуре 105 °С не менее 1 часа.

7.3.6.6 Подготовка прибора к работе

Последовательный рентгенофлуоресцентный спектрометр с волновой дисперсией подготавливают к измерениям согласно инструкции по его эксплуатации.

Перед проведением анализа необходимо создать аналитическую программу, содержащую методические параметры выполнения измерений. Согласно «Руководству пользователя» к прибору создается новая программа анализа и последовательно выполняется обычная процедура задания условий анализа: среда в приборе – вакуум, маска коллиматора – 40 мм, тип пробы (способ ее приготовления). Задать все элементы, приведенные в Приложении Д (кроме Rh), создать каналы регистрации аналитических линий этих элементов и некогерентно рассеянной линии Rh Kβ-C и задать условия измерения их интенсивностей в соответствии с Приложением З.

В соответствии с «Руководством пользователя» к прибору провести настройку спектральных каналов регистрации аналитических линий элементов по ИС с одним внесенным настраиваемым элементом:

- снять амплитудную кривую и задать пороги дискриминатора;

- снять спектральную кривую, определить положение пика аналитической линии и задать положения фоновых точек согласно Приложению И.

- указать экспозиции для аналитических линий и фонов, а также внести информацию по общим фонам для нескольких спектральных линий, приведенную в Приложении Е. Время экспозиции измерения пика и фонов для каждого определяемого элемента выбраны таким образом, чтобы обеспечить чувствительность метода при определении массовых долей (в %) элементов в нижних пределах диапазонов измерений.

Настройка спектральных каналов для измерения интенсивностей аналитических линий определяемых и мешающих элементов производится один раз при создании аппликации методики анализа, а затем корректируется не реже одного раза в 6 месяцев, а также после проведения ремонта и юстировки прибора, при смене рентгеновской трубки, либо в случае отклонения результатов анализа образца КП.

7.3.6.7 Построение градуировочных характеристик

7.3.6.7.1 Градуировка проводится с целью определения коэффициентов *Bi*, *Bij*, *Ki* и *Kij* в уравнении (15) для расчета содержаний (в массовых долях, %) определяемых элементов (компонентов) (*Сi*).

Для этого необходимо по созданной программе анализа измерить интенсивности аналитических линий и интенсивности в фоновых точках определяемых и мешающих элементов в калибровочных образцах как стандартах, в качестве которых используются:

- стандартные образцы (СО) с аттестованными значениями массовых долей элементов, попадающими в диапазон содержаний, указанных в таблице 10;

- контрольные пробы (КП) известного состава, проанализированные стандартизованными или аттестованными методиками химического анализа и соответствующие по составу и физико-химическим свойствам анализируемому материалу;

- моноэлементные ИС на основе диоксида кремния с заданным содержанием каждого отдельного присутствующего в пробах элемента (п. 7.3.5.3);

- ИС, для определения коэффициентов учета эффектов влияния, по химическому составу приближенные к составу анализируемых проб (п. 7.3.5.3).

При значительных изменениях состава анализируемых проб необходимо использовать несколько СО и КП различного химического состава.

7.3.6.7.2 В калибровке для расчета каждого элемента задать нормировку на интенсивность линии некогерентно рассеянного излучения Rh *Kβ*-C.

7.3.6.7.3 Коэффициенты наложения характеристических линий других элементов на аналитические линии определяемых элементов *Bij* рассчитываются по формуле (14). Используются ИС с заданным содержанием каждого отдельного присутствующего в пробах элемента, линии которого накладываются на аналитические линии. Эти коэффициенты при дальнейших расчетах не меняются.

7.3.6.7.4 Затем используются измерения всех остальных калибровочных образцов из п.7.3.6.7.1. Для выбранного диапазона массовых долей определяемых элементов, используя метод множественной регрессии с минимизацией стандартного отклонения по методу наименьших квадратов, коэффициенты *Bi*, *Ki* и *Kij* подбираются таким образом, чтобы получить линейный график зависимости интенсивности *Ii* *исп.*, исправленной на эффекты наложения и взаимного влияния элементов друг на друга, от массовой доли элемента (*Сi*). Полученные эмпирические значения коэффициентов *Bi*, *Bij*, *Ki* и *Kij* используют в уравнении (15) для определения массовых долей определяемых элементов в анализируемой пробе. В современных спектрометрах поправочные коэффициенты рассчитываются автоматически при наличии соответствующего программного обеспечения прибора.

7.3.6.7.5 Контроль стабильности градуировочных характеристик и правильности получаемых результатов анализа проводят одновременно с измерением анализируемых проб.

Для этого необходимо проанализировать не менее трех СО или КП, участвующих в градуировке, на каждый диапазон определяемых элементов, отвечающих по массовой доле определяемого элемента приблизительно началу, середине и концу градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого контрольного образца градуировки следующего условия:

, (16)

где *С* – результат контрольного измерения массовой доли определяемого элемента в образце для градуировки, %;

*С*0 – аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в образце для градуировки, %;

Δ – границы погрешности измерений, соответствующие *С0*, указанные в таблице А3 Приложения А.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца градуировки, необходимо выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность (промах).

Если градуировочная характеристика нестабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (сдвиг спектральной и амплитудной кривых в соответствующих каналах, уменьшение интенсивности первичного возбуждающего излучения, связанное со “старением” рентгеновской трубки и т.д.), выясняют причины. После устранения несоответствий повторяют процедуру контроля стабильности. В случае повторения ситуации строят новые градуировочные характеристики.

**7.3.7 Выполнение измерений**

7.3.7.1 Анализируемый образец, подготовленный по п.7.3.6.5, помещают в спектрометр. Выбирается программа анализа, задается номер пробы и запускается анализ, где последовательно измеряются интенсивности рентгеновского излучения заданных аналитических линий каждого элемента ( *I2,i* ), интенсивности в одной или двух точках фона ( *Iф1i* ) и ( *Iф2i* ), как задано в программе, и интенсивность некогерентно рассеянной *Кβ*-линии родия *Iнк*.

7.3.7.2 Повторяют п. 7.3.7.1 для измерения остальных проб.

**7.3.8 Обработка (вычисление) результатов измерений**

7.3.8.1 Интенсивность фона *Iф* аналитической линии каждого *i*-го определяемого элемента от анализируемой пробы находят подстановкой *Iф1i* и *Iф2i* в уравнение (12). Значения коэффициентов *F1i* и *F2i* для выбранных положений фонов приведены в Приложении Е.

Интенсивности аналитических линий за вычетом фона нормируются на интенсивность некогерентно рассеянной *Кβ*-линии родия *Iнк* как для определяемых элементов, так и для мешающих элементов по формуле (13).

7.3.8.2 За результат принимают значение массовых долей (в %) каждого определяемого элемента (компонента), вычисленное по уравнению (15) с использованием значений коэффициентов *Bi*, *Bij*, *Ki* и *Kij*, определенных согласно п. 7.3.6.7.4. В современных спектрометрах массовые доли элементов (компонентов) вычисляются автоматически с помощью программного обеспечения прибора.

7.3.8.3 За конечный результат анализа проб принимают результат единичного определения массовой доли элемента (компонента) (в %) в рабочей пробе при условии положительного внутреннего приемочного контроля партии.

7.3.8.4 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности проводят с использованием рабочих проб при вариации различных факторов (время, исполнители, реактивы, оборудование и т.п.) и при необходимости контроль повторяемости результатов проводят в соответствии с п. 7.2.9.5.

7.3.9 Оформление результатов измерений элементов (компонентов) РСА методомпроводят в соответствии с п. 7.2.10.

7.3.10 Контроль точности результатов измерений элементов (компонентов) РСА методомпроводят в соответствии с п. 7.2.11. При этом образцами для контроля точности являются стандартные образцы (СО) или аттестованные смеси (АС), близкие по составу к анализируемым пробам.

Возможно использование межметодного контроля точности.

**7.4 Определение массовой доли воды**

**7.4.1 Сущность метода**

Метод измерений – гравиметрический. Основан на измерении потери массы руды при высушивании анализируемой пробы при температуре (105±5) оС до постоянной массы. Диапазон измерений массовой доли воды от 1,0 % до 15,0 %.

**7.4.2 Аппаратура, посуда**

Часы электронные по ГОСТ 23350 или таймер любого типа по соответствующим нормативным документам.

Весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности (*Max = 2 200 г, е = 0,01 г*).

Шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры от 50 °С до 300 °С, обеспечивающий стабильность температуры в установившемся тепловом режиме ± 5 °С

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (хлористый кальций или силикагель).

Противень металлический.

Совок химический лабораторный.

Кальций хлористый, предварительно прокалённый при температуре (250 - 300) °С в течение 1 – 2 часов.

Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984, высушенный при температуре от 115 °C до 125 °С.

**7.4.3 Подготовка к анализу**

7.4.3.1 Точечные пробы руды, полученные по 7.1.2 настоящего стандарта, соединяют вместе в объединенную пробу массой около 10 кг, тщательно перемешивают и сокращают методом последовательного квартования или с использованием делителя Джонса до получения двух проб массой около 1 кг каждая. Обе пробы помещают в емкости с плотно закрывающейся крышкой и используют для анализа. На емкость наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, номера пробы, даты и времени отбора пробы.

7.4.3.2 Противни для высушивания проб руды сушат в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (105 ± 5) ’С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака.

Постоянной считают массу, если разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает значения 0,2 г.

**7.4.4 Проведение анализа**

На подготовленный по 7.4.3.2 противень помещают полную пробу (навеску) руды массой примерно 1 кг (см. 7.4.3.1), равномерно распределяют пробу по всей поверхности противня и взвешивают. Результаты всех взвешиваний записывают до второго десятичного знака. Противень с навеской сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °C до постоянной массы. Первое взвешивание выполняют после двух часов сушки, последующие — через каждый час. Перед каждым взвешиванием пробу охлаждают в эксикаторе в течение одного часа до комнатной температуры.

Постоянной считают массу, если разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает значения 2 г.

Анализ массовой доли воды выполняют с использованием двух параллельных навесок.

**7.4.5 Обработка результатов**

Массовую долю воды *Х*, % рассчитывают по формуле:

, (17)

где *М* — масса противня с навеской руды до высушивания, г;

*М*1 — масса противня, г;

*М*2 — масса противня с навеской руды после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета на процентную концентрацию.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости и абсолютное расхождение между параллельными определениями не превышает значения предела повторяемости *r*, приведенного в таблице 13.

Т а б л и ц а 13 — Метрологические характеристики и диапазоны измерений

В процентах

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой доли воды | Границы относительной погрешности при доверительной вероятности *Р* = 0,95, δ, % | Относительное среднеквадра-тическое отклонение повторяемости, σr, % | Относительное среднеквадра-тическое отклонение воспроизводимости, σR, % | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений), *r,* % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), *R,* % |
| От 1,0 до 15,0 вкл. | 24 | 11 | 12 | 30 | 33 |

**7.5 Определение максимальной крупности кусков**

7.5.1 Для каждой десятой контролируемой партии перед дроблением по п. 7.1.3 общую пробу просеивают через сито с ячейками 75 мм. Если вся проба прошла через сито, то максимальную крупность кусков руды считают соответствующей требованиям настоящего стандарта.

7.5.2 Допускается использовать автоматизированные устройства для контроля крупности транспортируемого конвейером кускового материала.

**7.6 Определение эффективной удельной активности радионуклидов**

7.6.1 Определение удельной активности природных радионуклидов проводят с использованием гамма-спектрометрических, радиометрических или других методов (ядерно-физического, рентгеновского спектрометрического и др.) в соответствии с аттестованными в установленном порядке методиками.

7.6.2 Значение удельной эффективной активности природных радионуклидов вычисляют по формуле (пункт 5.3.4 СанПиН 2.6.1.2523-09 [2] и пункт 3.2.1 СанПиН 2.6.1.2800-10 [3]):

*AЭфф* = *ARa* + 1,3⋅*ATh* +0,09⋅Ак (18)

где *A* —эффективная удельная активность, Бк/кг;

*ARa и* *ATh* — удельные активности радия-226 и тория-232, находящихся в радиоактивном равновесии с остальными членами уранового и ториевого рядов, Бк/кг;

A*K* — удельная активность калия-40, Бк/кг.

7.6.3 При определении природных радионуклидов методами химического анализа, расчет их удельных активностей (A*прн*) может проводиться по формуле:

*Aпрн* = 0,01⋅ *Спрн* ⋅ *прн*, (19)

где *Спрн* – массовая доля радионуклида, %.

*прн* – справочная константа для каждого конкретного радионуклида, радиоактивность 1 килограмма радионуклида, Бк.

7.6.4 Класс руды как минерального сырья, содержащего природные радионуклиды, устанавливается согласно санитарных правил и нормативов СанПиН 2.6.1.2800-10 (раздел V) [1] при оформлении протокола измерений.

**8 Транспортирование и хранение**

**8.1 Транспортирование, общие требования**

8.1.1 Транспортирование руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов не более 10 кБк/кг осуществляется всеми видами транспорта как безопасных грузов в радиационном отношении с учетом требований санитарно-эпидемиологических правил и норм СанПиН 2.6.1.2800-10 (пункт 5.5) [1].

8.1.2 Транспортирование руды с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг осуществляется в соответствии с санитарными правилами и нормативами СанПиН 2.6.1.1281-03 [13], федеральными нормами и правилами в области использования атомной энергии НП-053-16 [14] и требованиям к перевозке опасных грузов класса 7, установленных действующими нормативными документами для соответствующих видов транспорта.

8.1.2.1 Руды, содержащие только природные радионуклиды, относятся к материалам с низкой удельной активностью (НУА-1 или LSA-I).

8.1.2.2 Транспортирование руд редких металлов, отнесённых к материалам с низкой удельной активностью НУА-1, осуществляется всеми видами транспорта с учетом требований НП-053-16 (пункты 5.9 – 5.12) [14] и СанПиН 2.6.1.1281-03 (разделы 3, 4) [13] в отношении требований к упаковке I транспортной категории

**8.2 Требования к упаковке**

8.2.1 Транспортирование руд редких металлов, содержащих природные радионуклиды, осуществляется как перевозка грузов безопасных в радиационном отношении в таре для продукции производственно-технического назначения, исключающей их рассеяние, если мощность дозы излучения на поверхности груза этих материалов превышает 1,0 мкЗв/ч (СанПиН 2.6.1.2800-10 пункт 5.5 [1]).

8.2.2 Упаковка (тара) для транспортировки руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг должна соответствовать требованиям к промышленной упаковке типа 1 (IР-1) в соответствии с НП-053-16 (пункт 1.3.2.2) [14] с учётом санитарно-гигиенических требований к упаковке I транспортной категории в соответствии с СанПиН 2.6.1.1281-03 [13].

Руды редких металлов могут транспортироваться в мягких контейнерах разового использования (МКР, биг-бэг) или контейнерах другого типа в соответствии с действующими, утвержденными в установленном порядке, требованиями погрузки и безопасной перевозки опасных грузов на автомобильном, железнодорожном, водном транспорте.

**8.3 Хранение**

8.3.1 Хранение руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов менее 10 кБк/кг осуществляется на складах общего назначения.

8.3.2 Хранение руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг осуществляется на складах, в условиях, исключающих доступ посторонних лиц. Временное хранение возможно на специально выделенных местах складов общего назначения и специально оборудованных складах железнодорожных станций, портов, аэропортов, грузовых автостанций с учетом требований НП-053-16 при соблюдении требований радиационной безопасности СанПиН 2.6.1.1281-03 [13].

**8.4 Погрузочно-разгрузочные операции**

8.4.1. Погрузочно-разгрузочные операции с грузом руды с удельной эффективной активностью природных радионуклидов менее 10 кБк/кг осуществляются по технологическим картам, проектам производства работ в соответствии с требованиями федеральных норм и правил в области промышленной безопасности.

8.4.2 Погрузочно-разгрузочные операции с грузом руды с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг, их подготовка к отправке и загрузка на перевозочное средство, а также аналогичные операции при выгрузке должны производиться в соответствии с руководством по эксплуатации упаковочного комплекта и перевозочного средства (НП-053-16 [14], пункт 5.1.9), а также в соответствии с нормами, действующими на определенном виде транспорта (автомобильном, железнодорожном, водном или воздушном). Запланированные перегрузки в процессе перевозки должны производиться по возможности непосредственно с одного перевозочного средства на другое.

В местах перегрузки груза не допускается нахождение посторонних лиц (НП-053-16 [14], пункт 5.1.10).

**8.5. Транспортирование на отдельных видах транспорта**

8.5.1 Перевозка автотранспортом руд редких металлов определяется порядком организации перевозки различных видов грузов автомобильным транспортом, обеспечения сохранности грузов, транспортных средств и контейнеров, а также условиями перевозки грузов и предоставления транспортных средств для такой перевозки и осуществляется в соответствии с требованиями Постановления Правительства РФ от 15.04.2011 N 272 (ред. от 12.12.2017, с изм. от 26.03.2020) «Об утверждении Правил перевозок грузов автомобильным транспортом» [16].

8.5.2 Перевозка на железнодорожном транспорте осуществляется в соответствии с требованиями Приказа МПС РФ от 16.06.2003 N 19 (ред. от 19.08.2009) «Об утверждении Правил перевозок железнодорожным транспортом грузов в открытом подвижном составе» (Зарегистрировано в Минюсте РФ 19.06.2003 N 4740) [17].

8.5.3 Перевозка морским транспортом осуществляется в соответствии с Приказом Минтранса РФ от 21 апреля 2003 г. N ВР-1/п «Об утверждении Правил безопасности морской перевозки грузов» в редакции с изменениями на основании Приказа 6 июля 2012 г. N 196 [18].

Перевозка речным транспортом осуществляется в соответствии с распоряжением Департамента речного транспорта Минтранса России «Правила перевозки грузов» с изменениями и дополнениями от 01.01.1994 [19].

8.5.4 Перевозка воздушным транспортом осуществляется в соответствии с Приказом Минтранса РФ от 28 июня 2007 г. N 82  
"Об утверждении Федеральных авиационных правил "Общие правила воздушных перевозок пассажиров, багажа, грузов и требования к обслуживанию пассажиров, грузоотправителей, грузополучателей» в редакции с изменениями и дополнениями от 14.01.2019 [20].

# 9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие продукции требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения руды устанавливают в нормативных документах предприятия-поставщика.

**Приложение А**

(обязательное)

**Характеристики погрешности АЭС-ИСП, МС-ИСП и РСА измерений**

Таблица А1 – Диапазоны измерений, значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений при доверительной вероятности Р=0,95, выполненных методом АЭС-ИСП

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 Ниобий в пересчете на оксид (Nb2О5) | | | |
| от 0,020 до 0,050 вкл. | 0,16C | 0,37C | 0,32C |
| св.0,050 до 0,10 вкл. | 0,13C | 0,30C | 0,26C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,11C | 0,26C | 0,22C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,092C | 0,21C | 0,19C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,078C | 0,18C | 0,15C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,063C | 0,15C | 0,12C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,050C | 0,12C | 0,10C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,045C | 0,10C | 0,088C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | 0,045C | 0,10C | 0,088C |
| св. 20,0 до 30,0 вкл. | 0,045C | 0,10C | 0,088C |
|  | 2 Лантан (La) | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,23С | 0,54C | 0,45C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,19С | 0,44C | 0,37C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,17C | 0,40C | 0,33C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,14C | 0,33C | 0,27C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,13C | 0,28C | 0,25C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,10C | 0,23C | 0,20C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,092C | 0,21C | 0,19C |

*Продолжение таблицы А1*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 3 Церий (Ce) | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | 0,51C | 0,43C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | 0,35C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15С | 0,35C | 0,29C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | 0,28C | 0,25C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,10C | 0,23C | 0,20C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,083C | 0,19C | 0,16C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,067C | 0,16C | 0,13C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | | 0,055C | 0,13C | 0,11C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | | 0,048C | 0,11C | 0,094C |
| 4 Празеодим (Pr) | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,23С | 0,54C | 0,45C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,19С | 0,44C | 0,37C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,17C | 0,40C | 0,33C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,14C | 0,33C | 0,27C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,13C | 0,28C | 0,25C |
| 5 Неодим (Nd) | | | | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | 0,47C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21С | 0,49C | 0,41C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | 0,35C |
| св.,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | 0,37C | 0,31C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,14C | 0,33C | 0,27C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,13C | 0,30C | 0,25C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,11С | 0,26C | 0,22C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,11С | 0,26C | 0,22C |

*Продолжение таблицы А1*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 6 Самарий (Sm) | | | | | | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | 0,51C | | 0,43C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15С | 0,35C | | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | 0,30C | | 0,25C | |
| 7 Европий (Eu) | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | 0,56C | | 0,47C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | | 0,49C | | 0,41C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | 0,42C | | 0,35C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | | 0,37C | | 0,31C |
| 8 Гадолиний (Gd) | | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | | 0,51C | | 0,43C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | 0,42C | | 0,35C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15С | | 0,35C | | 0,29C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | | 0,30C | | 0,25C |
| 9 Тербий (Tb) | | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | 0,56C | | 0,47C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | | 0,49C | | 0,41C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | 0,42C | | 0,35C |

*Продолжение таблицы А1*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 10 Диспрозий (Dy) | | | | | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | | 0,56C | | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | | | 0,49C | | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | | 0,42C | | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | | | 0,37C | | | 0,31C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,14C | | | 0,33C | | | 0,27C | |
| 11 Гольмий (Ho) | | | | | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C | |
| 12 Эрбий (Er) | | | | | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | | 0,56C | | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21С | | | 0,49C | | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | | 0,42C | | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | | | 0,37C | | | 0,31C | |
| 13 Тулий (Tm) | | | | | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C |
| 14 Иттербий (Yb) | | | | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | | 0,25C | | | 0,58C | | | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | | 0,24C | | | 0,56C | | | 0,47C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | | 0,21С | | | 0,49C | | | 0,41C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | | 0,18С | | | 0,42C | | | 0,35C |

*Продолжение таблицы А1*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 15 Лютеций (Lu) | | | | | | |
| от 0,0050до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | 0,56C | | 0,47C |
| 16 Иттрий (Y) | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | | 0,51C | | 0,43C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18C | | 0,42C | | 0,35C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15C | | 0,35C | | 0,29C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | | 0,28C | | 0,25C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,10C | | 0,23C | | 0,20C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,084С | | 0,20C | | 0,16C |
| 17 Скандий (Sc) | | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | 0,56C | | 0,47C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | | 0,49C | | 0,41C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18C | | 0,42C | | 0,35C |
| 18 Фосфор в пересчете на оксид (Р2O5) | | | | | | |
| от 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,036C | | 0,084C | | 0,071C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,027C | | 0,063C | | 0,053C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | | 0,027C | | 0,063C | | 0,053C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | | 0,023C | | 0,054C | | 0,045C |
| св. 20,0 до 30,0 вкл. | | 0,013C | | 0,030C | | 0,025C |
| св. 30,0 до 40,0 вкл. | | 0,0092C | | 0,021C | | 0,018C |

*Окончание таблицы А1*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 19 Кальций в пересчете на оксид (CaO) | | | | | | |
| от 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | | 0,28C | | 0,25C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,10C | | 0,23C | | 0,20C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,076C | | 0,18C | | 0,15C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,057C | | 0,13C | | 0,11C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | | 0,042C | | 0,098C | | 0,082C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | | 0,027C | | 0,063C | | 0,053C |
| 20 Марганец (Mn) | | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,20C | | 0,47C | | 0,39C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,18C | | 0,42C | | 0,35C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,14C | | 0,33C | | 0,27C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,092C | | 0,21C | | 0,18C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,067C | | 0,16C | | 0,13C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,045C | | 0,10C | | 0,088C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,029C | | 0,068C | | 0,057C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,024C | | 0,056C | | 0,047C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | | 0,017C | | 0,040C | | 0,033C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | | 0,012С | | 0,028C | | 0,024C |
| 21 Железо (Fe) | | | | | | |
| от 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,092С | | 0,21C | | 0,18C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,076C | | 0,18C | | 0,15C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,047C | | 0,11C | | 0,092C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | | 0,025C | | 0,058C | | 0,049C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | | 0,013C | | 0,030C | | 0,025C |
| св. 20,0 до 30,0 вкл. | | 0,0084C | | 0,020C | | 0,016C |
| св. 30,0 до 40,0 вкл. | | 0,0067C | | 0,016C | | 0,013C |

Таблица А2 – Диапазоны измерений, значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений при доверительной вероятности Р=0,95, выполненных методом МС-ИСП

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 Ниобий в пересчете на оксид (Nb2О5) | | | |
| от 0,020 до 0,050 вкл. | 0,16C | 0,37C | 0,31C |
| св.0,050 до 0,10 вкл. | 0,13C | 0,28C | 0,25C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,11C | 0,26C | 0,22C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,092C | 0,21C | 0,19C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,078C | 0,18C | 0,15C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,063C | 0,15C | 0,12C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,050C | 0,12C | 0,10C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,045C | 0,10C | 0,088C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | 0,045C | 0,10C | 0,088C |
| св. 20,0 до 30,0 вкл. | 0,045C | 0,10C | 0,088C |
|  | 2 Лантан (La) | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | 0,25С | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | 0,25С | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,25C | 0,58C | 0,49C |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,23С | 0,54C | 0,45C |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,19С | 0,44C | 0,37C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,17C | 0,40C | 0,33C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,14C | 0,33C | 0,27C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,13C | 0,28C | 0,25C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,10C | 0,23C | 0,20C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,092C | 0,21C | 0,19C |

*Продолжение таблицы А2*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 3 Церий (Ce) | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | 0,25С | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,22C | 0,51C | | 0,43C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,15С | 0,35C | | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,13C | 0,28C | | 0,25C | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,10C | 0,23C | | 0,20C | |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,083C | 0,19C | | 0,16C | |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,067C | 0,16C | | 0,13C | |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,055C | 0,13C | | 0,11C | |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | 0,048C | 0,11C | | 0,094C | |
| 4 Празеодим (Pr) | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | 0,25С | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,23С | 0,54C | | 0,45C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,19С | 0,44C | | 0,37C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,17C | 0,40C | | 0,33C | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,14C | 0,33C | | 0,27C | |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,13C | 0,28C | | 0,25C | |
| 5 Неодим (Nd) | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | 0,25С | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | 0,25С | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,21С | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |

*Продолжение таблицы А2*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| св.,10 до 0,20 вкл. | 0,16C | | | | 0,37C | | | 0,31C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,14C | | | | 0,33C | | | 0,27C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,13C | | | | 0,30C | | | 0,25C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,11С | | | | 0,26C | | | 0,22C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,11С | | | | 0,26C | | | 0,22C |
| 6 Самарий (Sm) | | | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | 0,25С | | 0,58C | | | 0,49C | | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,22C | | 0,51C | | | 0,43C | | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,18С | | 0,42C | | | 0,35C | | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,15С | | 0,35C | | | 0,29C | | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,13C | | 0,30C | | | 0,25C | | |
| 7 Европий (Eu) | | | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | 0,56C | | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | | 0,49C | | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | 0,42C | | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | | 0,37C | | | 0,31C | |
| 8 Гадолиний (Gd) | | | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | | 0,51C | | | 0,43C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | 0,42C | | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15С | | 0,35C | | | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | | 0,30C | | | 0,25C | |

*Продолжение таблицы А2*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 9 Тербий (Tb) | | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| 10 Диспрозий (Dy) | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св.0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | 0,37C | | 0,31C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,14C | 0,33C | | 0,27C | |
| 11 Гольмий (Ho) | | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| 12 Эрбий (Er) | | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21С | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | 0,37C | | 0,31C | |

*Окончание таблицы А2*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 13 Тулий (Tm) | | | | | | |
| от 0,00050 до 0,0010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| 14 Иттербий (Yb) | | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21С | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| 15 Лютеций (Lu) | | | | | | |
| от 0,00050 до 0,0010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| 16 Иттрий (Y) | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | 0,51C | | 0,43C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18C | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15C | 0,35C | | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | 0,28C | | 0,25C | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,10C | 0,23C | | 0,20C | |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,084С | 0,20C | | 0,16C | |

Таблица А3 – Диапазоны измерений, значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений при доверительной вероятности Р=0,95, выполненных методом РСА

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 Ниобий в пересчете на оксид (Nb2О5) | | | | | |
| от 0,10 до 0,20 вкл. | 0,11C | | 0,26C | | 0,22C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,092C | | 0,21C | | 0,19C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,078C | | 0,18C | | 0,15C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,063C | | 0,15C | | 0,12C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,050C | | 0,12C | | 0,10C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,045C | | 0,10C | | 0,088C |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | 0,045C | | 0,10C | | 0,088C |
| св. 20,0 до 30,0 вкл. | 0,045C | | 0,10C | | 0,088C |
|  | 2 Лантан (La) | | | | |
| от 0,10 до 0,20 вкл. | 0,19С | | 0,44C | | 0,37C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,17C | | 0,40C | | 0,33C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,14C | | 0,33C | | 0,27C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,13C | | 0,28C | | 0,25C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,10C | | 0,23C | | 0,20C |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,092C | | 0,21C | | 0,19C |
| 3 Церий (Ce) | | | | | |
| от 0,10 до 0,20 вкл. | 0,15С | 0,35C | | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,13C | 0,28C | | 0,25C | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,10C | 0,23C | | 0,20C | |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,083C | 0,19C | | 0,16C | |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,067C | 0,16C | | 0,13C | |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | 0,055C | 0,13C | | 0,11C | |
| св. 10,0 до 20,0 вкл. | 0,048C | 0,11C | | 0,094C | |

*Продолжение таблицы А3*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 4 Празеодим (Pr) | | | | | | | |
| от 0,020 до 0,050 вкл. | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C | | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,23С | | 0,54C | | 0,45C | | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,19С | | 0,44C | | 0,37C | | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,17C | | 0,40C | | 0,33C | | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,14C | | 0,33C | | 0,27C | | |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,13C | | 0,28C | | 0,25C | | |
| 5 Неодим (Nd) | | | | | | | |
| от 0,050 до 0,10 вкл. | 0,18С | | 0,42C | | 0,35C | | |
| св.,10 до 0,20 вкл. | 0,16C | | | 0,37C | | | 0,31C |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,14C | | | 0,33C | | | 0,27C |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | 0,13C | | | 0,30C | | | 0,25C |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | 0,11С | | | 0,26C | | | 0,22C |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | 0,11С | | | 0,26C | | | 0,22C |
| 6 Самарий (Sm) | | | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C | | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | 0,22C | | 0,51C | | 0,43C | | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | 0,18С | | 0,42C | | 0,35C | | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | 0,15С | | 0,35C | | 0,29C | | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | 0,13C | | 0,30C | | 0,25C | | |
| 7 Европий (Eu) | | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | | 0,37C | | 0,31C | |

*Продолжение таблицы А3*

| иапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 8 Гадолиний (Gd) | | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | 0,51C | | 0,43C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15С | 0,35C | | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | 0,30C | | 0,25C | |
| 9 Тербий (Tb) | | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| 10 Диспрозий (Dy) | | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св.0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | 0,49C | | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | 0,37C | | 0,31C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,14C | 0,33C | | 0,27C | |
| 11 Гольмий (Ho) | | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,25C | 0,58C | | 0,49C | |

*Продолжение таблицы А3*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 12 Эрбий (Er) | | | | | |
| от 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21С | 0,49C | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,16C | 0,37C | 0,31C | |
| 13 Тулий (Tm) | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| 14 Иттербий (Yb) | | | | | |
| от0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21С | 0,49C | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18С | 0,42C | 0,35C | |
| 15 Лютеций (Lu) | | | | | |
| от 0,0010 до 0,0020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,0020 до 0,0050 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,0050до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | 0,47C | |
|  | |  |  |  | |
| 16 Иттрий (Y) | | | | | |
| от 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,22C | 0,51C | 0,43C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18C | 0,42C | 0,35C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,15C | 0,35C | 0,29C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,13C | 0,28C | 0,25C | |

*Окончание таблицы А3*

| Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), % | Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности,  , массовая доля, % | | Предел внутрилабораторной прецизионности  (для двух результатов измерений), , массовая доля, % | | Доверительные границы погрешности, Δ (Р=0,95), массовая доля, % | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 16 Иттрий (Y) | | | | | | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,10C | 0,23C | 0,20C | | |
| св. 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,084С | 0,20C | 0,16C | | |
| 17 Скандий (Sc) | | | | | |
| от 0,0050 до 0,010 вкл. | | 0,25C | 0,58C | 0,49C | |
| св. 0,010 до 0,020 вкл. | | 0,24C | 0,56C | 0,47C | |
| св. 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,21C | 0,49C | 0,41C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,18C | 0,42C | 0,35C | |
| 18 Марганец (Mn) | | | | | |
| от 0,020 до 0,050 вкл. | | 0,18C | 0,42C | 0,35C | |
| св. 0,050 до 0,10 вкл. | | 0,14C | 0,33C | 0,27C | |
| св. 0,10 до 0,20 вкл. | | 0,092C | 0,21C | 0,18C | |
| св. 0,20 до 0,50 вкл. | | 0,067C | 0,16C | 0,13C | |
| св. 0,50 до 1,0 вкл. | | 0,045C | 0,10C | 0,088C | |
| 19 Железо (Fe) | | | | | |
| от 1,0 до 2,0 вкл. | | 0,076C | 0,18C | 0,15C | |
| св. 2,0 до 5,0 вкл. | | 0,047C | 0,11C | 0,092C | |
| св. 5,0 до 10,0 вкл. | | 0,025C | 0,058C | 0,049C | |

**Приложение Б**

(обязательное)

**Приготовление вспомогательных и градуировочных растворов для измерений АЭС-ИСП методом**

**Б.1 Приготовление раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3**

Навеску оксида индия (III) массой 2,4181 г растворяют при нагревании в 10 см3 «царской водки», раствор упаривают досуха. Остаток смачивают 50 см3 воды для лабораторного анализа, добавляют 60 см3 концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, после охлаждения доливают водой для лабораторного анализа до метки и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте. Срок хранения один год.

**Б.2 Приготовление вспомогательного раствора для разбавления**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,50 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 12 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см3, добавляют 1 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3, вводят 2 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают.

Раствор применяют для разбавления градуировочных растворов, хранят в холодильнике не более месяца.

**Б.3** **Приготовление градуировочных растворов**

**Б.3.1 Приготовление градуировочного раствора № 1.4 с массовой концентрацией Ce - 30 мг/дм3, P - 30 мг/дм3, Lu - 0,1 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 3 см3 одноэлементного стандартногораствора Ce с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 3 см3 одноэлементного стандартного раствора Р с массовой концентрацией 1 г/дм3 и 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Lu с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.2 Приготовление градуировочного раствора № 1.3 с массовой концентрацией Ce - 15 мг/дм3, P - 15 мг/дм3, Lu - 0,05 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 1,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Ce с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 1,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Р с массовой концентрацией 1 г/дм3 и 0,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Lu с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.3** **Приготовление градуировочного раствора № 1.2 с массовой концентрацией Ce – 3 мг/дм3, P - 3 мг/дм3, Lu - 0,01 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 1.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.4** **Приготовление градуировочного раствора № 1.1 с массовой концентрацией Ce – 1,5 мг/дм3, P – 1,5 мг/дм3, Lu - 0,005 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 1.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.5** **Приготовление градуировочного раствора № 2.4 с массовой концентрацией Nb – 50 мг/дм3, Dy - 0,5 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 5 см3 одноэлементного стандартного раствора Nb с массовой концентрацией 1 г/дм3 и 5 см3 одноэлементного стандартного раствора Dy с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.6** **Приготовление градуировочного раствора № 2.3 с массовой концентрацией Nb – 25 мг/дм3, Dy - 0,25 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 2,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Nb с массовой концентрацией 1 г/дм3 и 2,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Dy с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.7** **Приготовление градуировочного раствора № 2.2 с массовой концентрацией Nb – 5 мг/дм3, Dy - 0,05 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 2.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.8** **Приготовление градуировочного раствора № 2.1 с массовой концентрацией Nb – 2,5 мг/дм3, Dy - 0,025 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 2.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.9** **Приготовление градуировочного раствора № 3.4 с массовой концентрацией Nd – 10 мг/дм3, Ho – 0,1 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Nd с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Ho с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.10** **Приготовление градуировочного раствора № 3.3 с массовой концентрацией Nd – 5 мг/дм3, Ho – 0,05 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 0,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Nd с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 0,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Ho с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.11** **Приготовление градуировочного раствора № 3.2 с массовой концентрацией Nd – 1 мг/дм3, Ho – 0,01 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 3.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.12** **Приготовление градуировочного раствора № 3.1 с массовой концентрацией Nd – 0,5 мг/дм3, Ho – 0,005 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 3.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.13** **Приготовление градуировочного раствора № 4.4 с массовой концентрацией Tb - 0,2 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 2 см3 одноэлементного стандартного раствора Tb с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.14** **Приготовление градуировочного раствора № 4.3 с массовой концентрацией Tb - 0,1 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Tb с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.15** **Приготовление градуировочного раствора № 4.2 с массовой концентрацией Tb - 0,02 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 4.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.16** **Приготовление градуировочного раствора № 4.1 с массовой концентрацией Tb - 0,01 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 4.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.17** **Приготовление градуировочного раствора № 5.4 с массовой концентрацией La – 15 мг/дм3, Er – 0,5 мг/дм3, Sc – 0,2 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3  , вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 1,5 см3 одноэлементного стандартного раствора La с массовой концентрацией 1 г/дм3, 5 см3 одноэлементного стандартного раствора Er с массовой концентрацией 10 мг/дм3 , 2 см3 одноэлементного стандартного раствора Sc с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.18** **Приготовление градуировочного раствора № 5.3 с массовой концентрацией La – 7,5 мг/дм3, Er – 0,25 мг/дм3, Sc – 0,1 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 0,75 см3 одноэлементного стандартного раствора La с массовой концентрацией 1 г/дм3, 2,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Er с массовой концентрацией 10 мг/дм3 , 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Sc с массовой концентрацией 10 мг/дм3  добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.19** **Приготовление градуировочного раствора № 5.2 с массовой концентрацией La– 1,5 мг/дм3, Er – 0,05 мг/дм3, Sc – 0,02 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 5.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.20** **Приготовление градуировочного раствора № 5.1 с массовой концентрацией La–0,75 мг/дм3, Er–0,025 мг/дм3, Sc– 0,01 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 5.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.21** **Приготовление градуировочного раствора № 6.4 с массовой концентрацией Fe - 100 мг/дм3, Y - 3 мг/дм3, Gd – 1 мг/дм3, Eu – 0,5 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 10 см3 одноэлементного стандартного раствора Fe с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 0,3 см3 одноэлементного стандартного раствора Y с массовой концентрацией 1 г/дм3, 0,1 см3 одноэлементного стандартного раствора Gd с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 5 см3 одноэлементного стандартного раствора Eu с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.22** **Приготовление градуировочного раствора № 6.3 с массовой концентрацией Fe - 50 мг/дм3, Y – 1,5 мг/дм3, Gd – 0,5 мг/дм3, Eu – 0,25 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 5 см3 одноэлементного стандартного раствора Fe с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 0,15 см3 одноэлементного стандартного раствора Y с массовой концентрацией 1 г/дм3, 0,05 см3 одноэлементного стандартного раствора Gd с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 2,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Eu с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.23** **Приготовление градуировочного раствора № 6.2 с массовой концентрацией Fe - 10 мг/дм3, Y – 0,3мг/дм3, Gd – 0,1 мг/дм3, Eu – 0,05 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 6.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.24** **Приготовление градуировочного раствора № 6.1 с массовой концентрацией Fe- 5 мг/дм3, Y – 0,15мг/дм3, Gd – 0,05 мг/дм3, Eu – 0,025 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 6.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.25** **Приготовление градуировочного раствора № 7.5 с массовой концентрацией Ca - 40 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 4 см3 одноэлементного стандартного раствора Ca с массовой концентрацией 1 г/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.26** **Приготовление градуировочного раствора № 7.4 с массовой концентрацией Ca - 10 мг/дм3, Pr - 5 мг/дм3, Yb – 0,2 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Ca с массовой концентрацией 1 г/дм3, 0,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Pr с массовой концентрацией 1 г/дм3, 2 см3 одноэлементного стандартного раствора Yb с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.27** **Приготовление градуировочного раствора № 7.3 с массовой концентрацией Ca - 5 мг/дм3, Pr – 2,5 мг/дм3, Yb – 0,1 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик объемом 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 0,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Ca с массовой концентрацией 1 г/дм3, 0,25 см3 одноэлементного стандартного раствора Pr с массовой концентрацией 1 г/дм3, 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Yb с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.28** **Приготовление градуировочного раствора № 7.2 с массовой концентрацией Ca – 1,0 мг/дм3, Pr – 0,5 мг/дм3, Yb – 0,02 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 7.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.29** **Приготовление градуировочного раствора № 7.1 с массовой концентрацией Ca – 0,5 мг/дм3, Pr – 0,25 мг/дм3, Yb – 0,01 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 7.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.30** **Приготовление градуировочного раствора № 8.4 с массовой концентрацией Mn–50 мг/дм3, Sm - 2 мг/дм3, Tm – 0,2 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 5 см3 одноэлементного стандартного раствора Mn с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 0,2 см3 одноэлементного стандартного раствора Sm с массовой концентрацией 1 г/дм3, 2 см3 одноэлементного стандартного раствора Tm с массовой концентрацией 10 мг/дм3  , добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.31** **Приготовление градуировочного раствора № 8.3 с массовой концентрацией Mn – 25 мг/дм3, Sm - 1 мг/дм3, Tm – 0,1 мг/дм3**

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см3 взвешивают навеску смеси соды и буры массой 0,25 г, смачивают 10-15 см3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, вводят 0,5 см3 раствора индия с массовой концентрацией 2 мг/см3. Дозатором в мерную колбу вводят 2,5 см3 одноэлементного стандартного раствора Mn с массовой концентрацией 1 г/дм3 , 0,1 см3 одноэлементного стандартного раствора Sm с массовой концентрацией 1 г/дм3, 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Tm с массовой концентрацией 10 мг/дм3, добавляют 1 см3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки, вместимостью 50 см3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

**Б.3.32** **Приготовление градуировочного раствора № 8.2 с массовой концентрацией Mn – 5 мг/дм3, Sm – 0,2 мг/дм3, Tm – 0,02 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 8.4, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Б.3.33** **Приготовление градуировочного раствора № 8.1 с массовой концентрацией Mn – 2,5 мг/дм3, Sm – 0,1 мг/дм3, Tm – 0,01 мг/дм3**

В полиэтиленовую пробирку вместимостью 15 см3 дозатором отбирают 1 см3  градуировочного раствора № 8.3, затем дозатором вводят 9 см3 вспомогательного раствора, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

**Приложение В**

(обязательное)

**Приготовление вспомогательных и градуировочных растворов для измерений МС-ИСП методом**

**В.1 Приготовление** **промежуточного раствора Сs с массовой концентрацией 10 мг/дм3**

Мерную колбу вместимостью 100 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см3 концентрированной азотной кислоты и 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Cs c массовой концентрацией 1 г/дм3. Раствор перемешивают, объем доводят до метки воды для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения до 1 года.

**В.2 Приготовление рабочего раствора Сs с массовой концентрацией 1мг/дм3**

Мерную колбу вместимостью 100 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см3 концентрированной азотной кислоты и 10 см3 промежуточного раствора Cs c массовой концентрацией 10 мг/дм3. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения до 1 года.

**В.3 Приготовление градуировочных растворов**

**В.3.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/дм3 элементов раствора A**

Мерную колбу вместимостью 100 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см3 концентрированной азотной кислоты и 1 см3 исходного стандартного раствора Solution A (ICP-MS-68) с массовой концентрацией 10 мг/дм3 48 элементов от Li до U. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа. Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения 6 месяцев.

**В.3.2 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/дм3 элементов раствора В**

Пластиковую мерную колбу вместимостью 100 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см3 концентрированной азотной кислоты, 0,05 см3 фтористоводородной кислоты и 1 см3 исходного стандартного раствора Solution B (ICP-MS-68) с массовой концентрацией 10 мг/дм3 определяемых элементов. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения 6 меcяцев.

**В.3.3 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм3  Y, La, Ce, Pr и Nd**

Мерную колбу вместимостью 100 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см3 концентрированной азотной кислоты и по 1 см3 одноэлементных стандартных растворовс массовой концентрацией1 г/дм3 Y, La, Ce, Pr и Nd. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в стеклянной посуде, срок хранения до 1 года.

**В.3.4 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм3 Y, La, Ce, Pr и Nd**

Мерную колбу вместимостью 50 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 1см3 концентрированной азотной кислоты и 5 см3 промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм3 Y, La, Ce, Pr и Nd. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в стеклянной посуде, срок хранения до 1 года.

**В.3.5 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм3 Nb**

Пластиковую мерную колбу вместимостью 100 см3 заполняют 20-30 см3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 3 см3 концентрированной азотной кислоты, 0,5 см3 фтористоводородной кислоты и 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Nb с массовой концентрацией 1 г/дм3. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения 6 месяцев.

**В.3.6 Приготовление градуировочных растворов A-10, A-20 с массовыми концентрациями 10 и 20 мкг/дм3 элементов раствора A**

Сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 взвешивают, добавляют 5-10 см3 воды для лабораторного анализа, вводят дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты и 5 см3 или 10 см3 (для приготовления 10 или 20 мкг/дм3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/дм3 элементов раствора A. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47-48 см3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2% равна 1,005).

Раствор хранят в полиэтиленовой пробирке, срок хранения до 10 дней.

**В.3.7 Приготовление градуировочных растворов B-5 и B-10 с массовыми концентрациями 5 и 10 мкг/дм3 элементов раствора В**

Сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 взвешивают, добавляют 5-10 см3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты, 0,05 см3 фтористоводородной кислоты и 2,5 см3 или 5 см3 (для приготовления 5 или 10 мкг/дм3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/дм3 элементов раствора В. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47-48 см3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2% равна 1,005).

Раствор хранят в полиэтиленовой пробирке, срок хранения до 10 дней.

**В.3.8 Приготовление градуировочных растворов F-100 и F-200 с массовыми концентрациями 100 мкг/дм3 и 200 мкг/дм3 Y, La, Ce, Pr и Nd**

Сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 взвешивают, добавляют 5-10 см3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты и 5 см3 или 10 см3 (для приготовления 100 или 200 мкг/дм3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм3 Y, La, Ce, Pr, Nd. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47-48 см3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2% равна 1,005).

Раствор хранят в полиэтиленовой пробирке, срок хранения до 30 дней.

**В.3.9 Приготовление градуировочных растворов Nb-100 и Nb-500 с массовыми концентрациями 100 мкг/дм3 и 500 мкг/дм3 Nb**

Сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 взвешивают, добавляют 5-10 см3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты, 0,05 см3 фтористоводородной кислоты и 0,5 см3 или 2,5 см3 (для приготовления 100 или 500 мкг/дм3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм3 Nb. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47-48 см3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2% равна 1,005).

Раствор хранят в полиэтиленовой пробирке, срок хранения до 7 дней.

**Приложение Г**

(справочное)

**Приготовление вспомогательных растворов для учета полиатомных интерференций**

**Г.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 20 мг/дм3 Nd**

Сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 взвешивают, добавляют 5-10 см3 воды для лабораторного анализа и дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты, 1 см3 одноэлементного стандартного раствора Nd с массовой концентрацией 1 г/дм3. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47- 48 см3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50г, что соответствует объему 50 см3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2% равна 1,005).

Раствор хранят в полиэтиленовой пробирке, срок хранения до 6 месяцев.

**Г.2 Приготовление вспомогательного раствора с массовой концентрацией 2000 мкг/дм3 Nd**

Сухую полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см3 взвешивают, добавляют 5-10 см3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см3 концентрированной азотной кислоты, 5 см3 промежуточного раствора с массовой концентрацией 20 мг/дм3 Nd. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47- 48 см3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2% равна 1,005).

Раствор хранят в полиэтиленовой пробирке, срок хранения до 6 месяцев.

**Приложение Д**

(обязательное)

**Аналитические линии определяемых и неопределяемых элементов РСА методом и условия измерения их интенсивностей**

Таблица Д - Аналитические линии определяемых и неопределяемых элементов РСА методом и условия измерения их интенсивностей

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Элемент | Спект-  ральная  линия | | Длина  волны  (нм) | | Кристалл-анализатор | | Колли-  матор | Детек-  тор | Фильтр  первичного излучения1) | Режим работы рентгеновской трубки | |
| Напря-жение, кВ | Ток,  мА |
| Определяемые элементы | | | | | | | | | | | |
| **Sc** | | *Kα*1 | | 0,30313 | | PX10 | 150 µm | сцинт. | - | 30 | 100 |
| **Mn** | | *Kα*1 | | 0,21021 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Fe** | | *Kβ*1 | | 0,17569 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Y** | | *Kα*1 | | 0,08290 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | Al (200 µm) | 40 | 75 |
| **Nb** | | *Kβ*1 | | 0,06657 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | Brass(100 µm) | 40 | 75 |
| **La** | | *Lα*1 | | 0,26663 | | PX10 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Ce** | | *Lβ*2 | | 0,22092 | | PX10 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Pr** | | *Lβ*1 | | 0,22591 | | PX10 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Nd** | | *Lβ*1 | | 0,21671 | | PX10 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Sm** | | *Lβ*1 | | 0,19984 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Eu** | | *Lβ*2 | | 0.18121 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Gd** | | *Lβ*1 | | 0,18468 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Tb** | | *Lα*1 | | 0,19765 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Dy** | | *Lβ*1 | | 0,17106 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Ho** | | *Lβ*1 | | 0,16475 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Er** | | *Lβ*1 | | 0,15873 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Tm** | | *Lα*1 | | 0,17268 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Yb** | | *Lα*1 | | 0,16719 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Lu** | | *Lα*1 | | 0,16195 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Ta** | | *Lα*1 | | 0,15222 | | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |

*Продолжение таблицы Д*

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Элемент | Спект-  ральная  линия | Длина  волны  (нм) | Кристалл-анализатор | Колли-  матор | Детек-  тор | Фильтр  первичного излучения1) | Режим работы рентгеновской трубки | |
| Напря-жение, кВ | Ток,  мА |
| Неопределяемые элементы, влияние которых необходимо учитывать | | | | | | | | |
| **P** | *Kα*1 | 0,61590 | Ge 111-C | 300 µm | проточ | - | 30 | 100 |
| **Ca** | *Kα*1 | 0,33590 | PX10 | 300 µm | проточ | - | 30 | 100 |
| **Cr** | *Kα*1 | 0,22900 | PX10 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Ni** | *Kα*1 | 0,16582 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Cu** | *Kα*1 | 0,15409 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Zn** | *Kα*1 | 0,14355 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **W** | *Lα*1 | 0,14767 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Hf** | *Lβ*1 | 0,13744 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |
| **Pb** | *Lβ*1 | 0,09830 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | Al (200 µm) | 40 | 75 |
| **Rb** | *Kα*1 | 0,09257 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | Al (200 µm) | 40 | 75 |
| **Mo** | *Kβ*1 | 0,06323 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | Brass(100 µm) | 40 | 75 |
| Параметр стандарта-фона | | | | | | | | |
| **Rh** | *Kβ*-C | 0,05725 | LIF220 | 150 µm | сцинт. | - | 40 | 75 |

1)Brass – медно-цинковый сплав

**Приложение Е**

(обязательное)

**Спектральные положения пиков аналитических линий определяемых и неопределяемых элементов ( *Xi* ), пика стандарта-фона *Rh Kβ*-C и фоновых точек (фон 1 *Xф1i* и фон 2 *Xф2i*), коэффициенты *F1i* и *F2i* для расчета интенсивности фона под линией *Iфi***

Таблица Е - Спектральные положения пиков аналитических линий определяемых и неопределяемых элементов ( *Xi* ), пика стандарта-фона *Rh Kβ*-C и фоновых точек (фон 1 *Xф1i* и фон 2 *Xф2i*), коэффициенты *F1i* и *F2i* для расчета интенсивности фона под линией *Iфi* по формуле (10)

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Элемент (*i*) | | Пик *Xi*  (угол °2θ) | Экспози  ция,  сек | | *Xф1i*  (угол °2θ) | | Экспози  ция,  сек | *F1i* | | *Xф2i*  (угол °2θ) | Экспози  ция,  сек | | *F2i* |
| Определяемые элементы | | | | | | | | | | | | | |
| Sc | | 97,72 | 60 | | 98,92 | | 60 | 1,00 | | - |  | |  |
| Mn | | 95,22 | 20 | | 93,64 | | 10 | 1,00 | | - |  | |  |
| Fe | | 76,23 | 10 | | *Xф2* Ho | |  | 0,55 | | *Xф1* Eu |  | | 0,45 |
| Y | | 33,88 | 20 | | 33,02 | | 10 | 0,48 | | 34,68 | 10 | | 0,52 |
| Nb | | 27,07 | 32 | | 26,25 | | 16 | 0,46 | | 27,77 | 16 | | 0,54 |
| La | | 82,93 | 40 | | 82,03 | | 20 | 0,58 | | 84,15 | 20 | | 0,42 |
| Ce | | 66,51 | 40 | | *Xф1* Nd | |  | 0,14 | | *Xф2* Nd |  | | 0,85 |
| Pr | | 68,23 | 40 | | *Xф2* Nd | |  | 1,00 | | - |  | |  |
| Nd | | 65,13 | 40 | | 62,00 | | 20 | 0,40 | | 67,24 | 20 | | 0,60 |
| Sm | | 89,21 | 40 | | *Xф1* Tb | |  | 1,00 | | - |  | |  |
| Eu | | 79,10 | 60 | | 79,99 | | 40 | 1,00 | | - |  | |  |
| Gd | | 80,91 | 40 | | *Xф1* Eu | |  | 0,51 | | 81,89 | 20 | | 0,49 |
| Tb | | 87,93 | 60 | | 90,11 | | 40 | 1,00 | | - |  | |  |
| Dy | | 73,88 | 40 | | *Xф2* Ho | |  | 1,00 | | - |  | |  |
| Ho | | 70,74 | 60 | | 70,26 | | 30 | 0,83 | | 73,10 | 30 | | 0,17 |
| Er | | 67,80 | 40 | | 68,96 | | 40 | 1,00 | | - |  | |  |
| Tm | | 74,71 | 60 | | *Xф2* Ho | |  | 1,00 | | - |  | |  |
| Yb | | 71,95 | 40 | | *Xф1* Ho | |  | 0,41 | | *Xф2* Ho |  | | 0,59 |
| Lu | | 69,36 | 60 | | *Xф1* Er | |  | 1,00 | | - |  | |  |
| Ta | | 64,66 | 40 | | 64,01 | | 20 | 0,76 | | 66,65 | 20 | | 0,24 |
| Неопределяемые элементы | | | | | | | | | | | | | |
| P | | 140,96 | 10 | | 142,83 | | 10 | 1,00 | | - |  | |  |
| Ca | | 113,14 | 6 | | 111,23 | | 4 | 1,00 | | - |  | |  |
| Cr | | 69,35 | 10 | | 74,31 | | 20 | 1,00 | | - |  | |  |
| Ni | | 71,26 | 10 | | *Xф1* Ho | |  | 0,65 | | *Xф2* Ho |  | | 0,35 |
| Cu | | 65,56 | 6 | | *Xф1* Ta | |  | 0,41 | | *Xф2* Ta |  | | 0,59 |
| Zn | | 60,58 | 6 | | 61,75 | | 4 | 1,00 | | - |  | |  |
| W | | 62,48 | 6 | | *Xф1* Zn | |  | 1,00 | | - |  | |  |
| Hf | | 57,75 | 2 | | 58,14 | | 2 | 1,00 | | - |  | |  |
| Pb | | 40,41 | 10 | | *Xф2* U | |  | 0,62 | | *Xф2* Th |  | | 0,12 |
| Rb | | 37,98 | 10 | | *Xф2* Sr | |  | 0,38 | | *Xф2* U |  | | 0,62 |
| Mo | | 25,68 | 12 | | 25,39 | | 6 | 0,48 | | 25,95 | 6 | | 0,52 |
| Параметр стандарта-фона | | | | | | | | | | | | | |
| Rh | 23,28 | | | 10 | | - |  | |  | - |  |  | |

**Приложение Ж**

(обязательное)

**Значения величин энергии аналитических линий определяемых и мешающих элементов и их краев поглощения в кэВ для учета селективных эффектов взаимного влияния элементов друг на друга**

Таблица Ж - Значения величин энергии аналитических линий определяемых и мешающих элементов и их краев поглощения в кэВ для учета селективных эффектов взаимного влияния элементов друг на друга

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Эффект селективного поглощения | | | | Эффект селективного возбуждения | | | | |
| Определяемые  элементы | | Мешающие элементы | | Определяемые  элементы | | | Мешающие элементы | |
| Аналити  ческая линия | Энергия, кэВ | Край  поглоще  ния | Энергия, кэВ | Край поглощения | Энергия, кэВ | Характеристическая линия | | Энергия, кэВ |
| Sc *Kα*1 | 4,091 | Са *К*-край | 4,038 | Sc *K*-край | 4,489 | Ti *Kα*1 | | 4,511 |
|  |  |  |  |  |  | La *Lα*1 | | 4,651 |
| Ti *Kα*1 | 4,511 | Sc *K*-край | 4,489 | Ti *K*-край | 4,965 | Pr *Lα*1 | | 5,034 |
|  |  |  |  |  |  | La *Lβ*1 | | 5,042 |
| V *Kα*1 | 4,952 | Sc *K*-край | 4,489 | V *K*-край | 5,464 | Pr *Lβ*1 | | 5,489 |
|  |  |  |  |  |  | Sm *Lα*1 | | 5,636 |
|  |  |  |  |  |  | Mn *Kα*1 | | 5,899 |
| Mn *Kα*1 | 5,899 | La *L*II-край | 5,889 | Mn *K*-край | 6,538 | Gd *Lβ*1 | | 6,713 |
|  |  | Ce *L*III-край | 5,723 |  |  | Fe *Kβ*1 | | 7,058 |
|  |  | V *K*-край | 5,464 |  |  |  | |  |
| Fe *Kβ*1 | 7,058 | Eu *L*III-край | 6,981 | Fe *K*-край | 7,111 |  | |  |
|  |  | Nd *L*II-край | 6,723 |  |  |  | |  |
|  |  | Mn *K*-край | 6,538 |  |  |  | |  |
| Sr *Kα*1 | 14,165 |  |  | Sr *K*-край | 16,107 | Nb *Kα*1 | | 16,615 |
|  |  |  |  |  |  | Y *Kβ*1 | | 16,738 |
| Y *Kα*1 | 14,958 |  |  | Y *K*-край | 17,038 | Zr *Kβ*1 | | 17,668 |
| Zr *Kβ*1 | 17,668 | Y *K*-край | 17,038 | Zr *K*-край | 17,999 | Nb *Kβ*1 | | 18,623 |
| Nb *Kβ*1 | 18,623 | Zr *K*-край | 17,999 |  |  |  | |  |
| Ba *Lα*1 | 4,466 | Са *К*-край | 4,038 | Ba *L*III-край | 5,247 | Ce *Lβ*1 | | 5,262 |
| La *Lα*1 | 4,651 |  |  | La *L*III-край | 5,454 | Pr *Lβ*1 | | 5,489 |
|  |  |  |  |  |  | Sm *Lα*1 | | 5,636 |
|  |  |  |  |  |  | Mn *Kα*1 | | 5,899 |
| Ce *Lβ*2 | 5,613 | La *L*III-край | 5,484 | Ce *L*III-край | 5,723 | Mn *Kα*1 | | 5,899 |
| Pr *Lβ*1 | 5,489 | La *L*III-край | 5,454 | Pr *L*II-край | 6,439 | Mn *Kβ*1 | | 6,490 |
|  |  | V *K*-край | 5,464 |  |  | Dy *Lα*1 | | 6,495 |
| Nd *Lβ*1 | 5,722 | Ba *L*II-край | 5,623 | Nd *L*II-край | 6,723 | Fe *Kβ*1 | | 7,058 |
| Sm *Lβ*1 | 6,203 | Ce *L*II-край | 6,161 | Sm *L*II-край | 7,313 | Yb *Lα*1 | | 7,416 |
|  |  | Pr *L*III-край | 5.963 |  |  |  | |  |
| Eu *Lβ*2 | 6,843 | Nd *L*II-край | 6,723 | Eu *L*III-край | 6,981 | Tm *Lα*1 | | 7,180 |
|  |  | Sm *L*III-край | 6,717 |  |  | Dy *Lβ*1 | | 7,248 |
| Gd *Lβ*1 | 6,713 | Pr *L*II-край | 6,439 | Gd *L*II-край | 7,931 |  | |  |
|  |  | Mn *K*-край | 6,538 |  |  |  | |  |
| Tb *Lα*1 | 6,273 | Ce *L*II-край | 6,161 | Tb *L*III-край | 7,515 |  | |  |
|  |  | Nd *L*III-край | 6,209 |  |  |  | |  |
| Dy *Lβ*1 | 7,248 | Fe *K*-край | 7,111 | Dy *L*II-край | 8,583 | Zn *Kα*1 | | 8,639 |
|  |  | Gd *L*III-край | 7,243 |  |  |  | |  |
| Ho *Lβ*1 | 7,525 | Sm *L*II-край | 7,313 | Ho *L*II-край | 8,916 | Hf *Lβ*1 | | 9,023 |
|  |  | Gd *L*III-край | 7,243 |  |  |  | |  |
|  |  | Fe *K*-край | 7,111 |  |  |  | |  |
| Er *Lβ*1 | 7,811 | Dy *L*III-край | 7,790 | Er *L*II-край | 9,262 | Zn *Kβ*1 | | 9,572 |
| Tm *Lα*1 | 7,180 | Eu *L*III-край | 6,981 | Tm *L*III-край | 8,650 | Lu *Lβ*1 | | 8,709 |
|  |  | Fe *K*-край | 7,111 |  |  |  | |  |
| Yb *Lα*1 | 7,416 | Gd *L*III-край | 7,243 | Yb *L*III-край | 8,944 | Hf *Lβ*1 | | 9,023 |
|  |  | Sm *L*II-край | 7,313 |  |  | Ga *Kα*1 | | 9,252 |
|  |  | Fe *K*-край | 7,111 |  |  |  | |  |
| Lu *Lα*1 | 7,656 | Eu *L*II-край | 7,620 | Lu *L*III-край | 9,249 | Zn *Kβ*1 | | 9,572 |
|  |  | Tb *L*III-край | 7,515 |  |  | Ga *Kα*1 | | 9,252 |
|  |  | Fe *K*-край | 7,111 |  |  |  | |  |
| Ta *Lβ*1 | 9,343 | Er *L*II-край | 9,262 | Ta *L*II-край | 11,132 |  | |  |
| Th *Lα*1 | 12,969 |  |  | Th *L*III-край | 16,299 | Nb *Kα*1 | | 16,615 |
|  |  |  |  |  |  | Y *Kβ*1 | | 16,738 |
| U *Lα*1 | 13,615 |  |  | U *L*III-край | 17,165 | U *Lβ*1 | | 17,220 |
|  |  |  |  |  |  | Zr *Kβ*1 | | 17,668 |

**Приложение З**

(обязательное)

**Приготовления моноэлементных искусственных смесей на основе диоксида кремния и искусственных смесей, используемых для определения коэффициентов учета селективных эффектов *Kij***

Таблица З1 - Навески для приготовления моноэлементных искусственных смесей на основе диоксида кремния, используемых для настройки прибора и определения коэффициентов наложения *Bij*, и массовые доли рассчитанных аналитов в них.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №  п/п | Элемент  (компонент) | Условное обозначение смеси | Навеска, в г | | | Массовая доля элемента (компонента) в смеси, % |
| Реактив | | SiO2 |
| 1 | Y | Y-1 | 0,1115 | Y2O3 | 9,6303 | 0,90 |
| 2 | Y-2 | 0,2103 | 10,6216 | 1,53 |
| 3 | Nb | Nb-5 | 0,6529 | Nb2O5 | 10,3764 | 4,14 |
| 4 | Nb-10 | 1,1496 | 9,9125 | 7,26 |
| 5 | La | La-5 | 0,5702 | La2O3 | 9,9565 | 4,62 |
| 6 | La-10 | 1,1095 | 9,6088 | 8,83 |
| 7 | Ce | Ce-5 | 0,5943 | CeO2 | 10,1968 | 4,48 |
| 8 | Ce-10 | 1,1663 | 9,7025 | 8,74 |
| 9 | Pr | Pr-1 | 0,1201 | Pr2O3 | 9,3586 | 1,08 |
| 10 | Pr-2 | 0,2038 | 9,9713 | 1,71 |
| 11 | Nd | Nd-2,5 | 0,2870 | Nd2O3 | 9,6593 | 2,47 |
| 12 | Nd-5 | 0,6374 | 10,0864 | 5,10 |
| 13 | Sm | Sm-1 | 0,1098 | Sm2O3 | 9,5682 | 0,98 |
| 14 | Sm-2 | 0,2216 | 9,6891 | 1,93 |
| 15 | Eu | Eu-0,1 | 0,0153 | Eu2O3 | 9,2458 | 0,14 |
| 16 | Eu-0,5 | 0,0599 | 9,5564 | 0,54 |
| 17 | Gd | Gd-0,5 | 0,0670 | Gd2O3 | 9,9736 | 0,58 |
| 18 | Gd-1 | 0,1034 | 9,4032 | 0,94 |
| 19 | Tb | Tb-0,05 | 0,0058 | Tb2O3 | 9,0257 | 0,056 |
| 20 | Tb-0,1 | 0,0146 | 9,0131 | 0,14 |
| 21 | Dy | Dy-0,5 | 0,0541 | Dy2O3 | 9,9635 | 0,47 |
| 22 | Dy-1 | 0,1124 | 10,0692 | 0,96 |

*Продолжение таблицы З1*

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №  п/п | Элемент  (компонент) | Условное обозначение смеси | Навеска, в г | | | Массовая доля элемента (компонента) в смеси, % |
| Реактив | | SiO2 |
| 23 | Ho | Ho-0,05 | 0,0085 | Ho2O3 | 8,3581 | 0,089 |
| 24 | Ho-0,1 | 0,0104 | 8,5751 | 0,11 |
| 25 | Er | Er-0,05 | 0,0050 | Er2O3 | 8,9568 | 0,049 |
| 26 | Er-0,1 | 0,0130 | 9,6971 | 0,12 |
| 27 | Tm | Tm-0,05 | 0,0052 | Tm2O3 | 9,4137 | 0,048 |
| 28 | Tm-0,1 | 0,0141 | 9,6770 | 0,13 |
| 29 | Yb | Yb-0,1 | 0,1034 | Yb2O3 | 9,4222 | 0,95 |
| 30 | Lu | Lu-0,05 | 0,0040 | Lu2O3 | 9,4192 | 0,037 |
| 31 | Lu-0,1 | 0,0109 | 9,6850 | 0,099 |
| 32 | Ta | Ta-1 | 0,1018 | Ta2O5 | 9,2691 | 0,89 |
| 33 | Ta-2 | 0,2442 | 9,9169 | 1,97 |
| 34 | Sc | Sc-0,2 | 0,0245 | Sc2O3 | 9,6575 | 0,16 |
| 35 | Sc-0,5 | 0,0746 | 9,1257 | 0,53 |
| 36 | V | V-1 | 0,1077 | V2O5 | 9,4719 | 0,63 |
| 37 | V-2 | 0,2139 | 10,4835 | 1,12 |
| 38 | Zn | Zn-0,5 | 0,0888 | ZnO | 9,3475 | 0,76 |
| 39 | Sr | Sr-2,5 | 0,5050 | SrCO3 | 9,3623 | 3,04 |
| 40 | Sr-5 | 1,0563 | 9,6660 | 5,85 |
| 41 | Zr | Zr-2,5 | 0,3106 | ZrO2 | 9,2376 | 2,41 |
| 42 | Zr-5 | 0,6531 | 9,9629 | 4,55 |
| 43 | U | U-0,1 | 0,0171 | U3O8 | 9,2427 | 0,16 |
| 44 | U-0,5 | 0,0519 | 9,3399 | 0,47 |
| 45 | MnO | MnO 5% | 0,7100 | MnCO3 | 10,4100 | 4,21 |
| 46 | MnO 10% | 1,3100 | 10,3900 | 7,78 |
| 47 | MnO 20% | 3,0500 | 10,5300 | 17,9 |
| 48 | Fe2O3 | Fe2O3 35% | 3,4600 | Fe2O3 | 10,4400 | 33,1 |
| 49 | Fe2O3 70% | 7,1800 | 10,4100 | 69,0 |

Таблица З2 - Навески (в г) СО и реактивов для приготовления искусственных смесей, используемых для определения коэффициентов учета селективных эффектов *Kij*.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Искуственная  смесь | Отраслевые стандарты | | | | | | Смеси | | Реактивы | | | | | | | | | |
| НФС-23 | СГ-3 | AP | AK | 44-г | 4390-88 | ИС-1 | ИC-7 | Fe2O3 | TiO2 | MnCO3 | BaO | SrCO3 | Y2O3 | Nb2O5 | V2O5 | ZrO2 | SiO2 |
| ИС-1 | 10,09 | 21,63 | 21,43 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-2 |  |  |  |  |  |  | 5,08 |  | 5,13 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-3 |  |  |  |  |  |  | 8,38 |  |  | 1,72 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-4 |  |  |  |  |  |  | 8,37 |  |  |  | 1,83 |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-5 |  |  |  |  |  |  | 8,39 |  |  |  |  | 1,81 |  |  |  |  |  |  |
| ИС-6 |  |  |  |  |  |  | 9,28 |  |  |  |  |  | 0,99 |  |  |  |  |  |
| ИС-7 | 5,62 | 23,99 | 24,17 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-8 |  |  |  |  |  |  |  | 5,11 | 5,04 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-9 |  |  |  |  |  |  |  | 8,36 |  | 1,77 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-10 |  |  |  |  |  |  |  | 8,46 |  |  | 1,86 |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-11 |  |  |  |  |  |  |  | 8,35 |  |  |  | 1,88 |  |  |  |  |  |  |
| ИС-12 |  |  |  |  |  |  |  | 9,99 |  |  |  |  |  | 0,26 |  |  |  |  |
| ИС-13 | 7,55 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | 2,77 |  |  |  |
| ИС-14 | 9,12 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | 0,98 |  |  |
| ИС-15 | 9,64 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | 0,50 |  |
| ИС-16 | 1,20 |  |  |  |  |  |  |  | 5,95 | 0,82 | 1,70 |  |  |  |  |  |  | 0,98 |
| ИС-17 | 2,95 |  |  |  |  |  |  |  | 7,65 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-18 | 6,47 |  |  |  |  |  |  |  |  |  | 4,08 |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-19 | 1,16 |  |  | 1,11 |  |  |  |  | 5,13 |  | 3,19 |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-20 | 1,52 |  |  |  |  |  | 1,25 |  | 2,76 |  | 4,50 |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-21 |  |  |  |  |  |  |  | 2,20 | 3,13 | 1,61 | 3,83 |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-22 |  |  |  | 2,81 | 1,84 | 2,52 |  |  | 3,04 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-23 |  |  |  | 1,83 | 1,87 | 5,07 |  |  | 1,68 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-24 | 2,00 |  |  | 4,18 | 1,98 |  |  |  | 1,98 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-25 | 1,04 |  |  | 5,21 | 1,92 |  |  |  | 2,02 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

Таблица З3 - Массовые доли определяемых и некоторых неопределяемых элементов (компонентов) в искусственных смесях, перечисленных в таблице Л2

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Искусственная  смесь | Массовая доля элемента (компонента) в смеси, % | | | | | | | | | | | | | | |
| **P2O5** | **CaO** | **Sc** | **TiO2** | **V2O5** | **Mn** | **Fe** | **SrO** | **Y** | **ZrO2** | **Nb2O5** | **BaO** | **La** | **Ce** | **Pr** |
| ИС-1 | 8,61 | 9,06 | 0,012 | 2,15 | 0,19 | 0,13 | 4,84 | 0,86 | 0,15 | 0,067 | 1,25 | 0,38 | 1,07 | 2,11 | 0,22 |
| ИС-2 | 4,28 | 4,51 | 0,0061 | 1,07 | 0,093 | 0,065 | 37,55 | 0,43 | 0,075 | 0,034 | 0,62 | 0,19 | 0,53 | 1,05 | 0,11 |
| ИС-3 | 7,14 | 7,52 | 0,010 | 18,82 | 0,15 | 0,11 | 4,01 | 0,72 | 0,13 | 0,056 | 1,04 | 0,31 | 0,89 | 1,75 | 0,19 |
| ИС-4 | 7,07 | 7,44 | 0,010 | 1,77 | 0,15 | 8,68 | 3,97 | 0,71 | 0,12 | 0,055 | 1,03 | 0,31 | 0,88 | 1,73 | 0,18 |
| ИС-5 | 7,08 | 7,46 | 0,010 | 1,77 | 0,15 | 0,11 | 3,98 | 0,71 | 0,12 | 0,055 | 1,03 | 18,06 | 0,88 | 1,73 | 0,18 |
| ИС-6 | 7,78 | 8,19 | 0,011 | 1,95 | 0,17 | 0,12 | 4,37 | 7,55 | 0,14 | 0,061 | 1,13 | 0,34 | 0,97 | 1,91 | 0,20 |
| ИС-7 | 8,02 | 9,80 | 0,0069 | 1,85 | 0,10 | 0,12 | 4,36 | 0,73 | 0,089 | 0,051 | 0,69 | 0,21 | 0,61 | 1,19 | 0,13 |
| ИС-8 | 4,04 | 4,93 | 0,0035 | 0,93 | 0,052 | 0,060 | 36,92 | 0,37 | 0,045 | 0,026 | 0,35 | 0,11 | 0,31 | 0,60 | 0,064 |
| ИС-9 | 6,62 | 8,09 | 0,0057 | 19,00 | 0,085 | 0,099 | 3,59 | 0,60 | 0,073 | 0,042 | 0,57 | 0,17 | 0,51 | 0,98 | 0,10 |
| ИС-10 | 6,58 | 8,03 | 0,0057 | 1,52 | 0,084 | 8,71 | 3,57 | 0,60 | 0,073 | 0,042 | 0,56 | 0,17 | 0,50 | 0,98 | 0,10 |
| ИС-11 | 6,55 | 8,00 | 0,0056 | 1,51 | 0,084 | 0,097 | 3,56 | 0,60 | 0,072 | 0,042 | 0,56 | 18,55 | 0,50 | 0,97 | 0,10 |
| ИС-12 | 7,82 | 9,55 | 0,0067 | 1,81 | 0,10 | 0,12 | 4,25 | 0,71 | 2,08 | 0,050 | 0,67 | 0,20 | 0,60 | 1,16 | 0,12 |
| ИС-13 | 10,75 | 2,05 | 0,047 | 3,73 | 0,72 | 0,17 | 6,91 | 1,59 | 0,55 | 0,16 | 31,65 | 1,44 | 4,00 | 7,91 | 0,84 |
| ИС-14 | 13,27 | 2,53 | 0,058 | 4,61 | 10,59 | 0,21 | 8,52 | 1,96 | 0,68 | 0,20 | 5,94 | 1,78 | 4,94 | 9,76 | 1,04 |
| ИС-15 | 13,98 | 2,66 | 0,061 | 4,85 | 0,93 | 0,22 | 8,97 | 2,06 | 0,71 | 5,14 | 6,26 | 1,87 | 5,20 | 10,28 | 1,09 |
| ИС-16 | 1,66 | 0,32 | 0,0072 | 8,27 | 0,11 | 7,66 | 40,14 | 0,24 | 0,085 | 0,025 | 0,74 | 0,22 | 0,62 | 1,22 | 0,13 |
| ИС-17 | 4,09 | 0,78 | 0,018 | 1,42 | 0,27 | 0,064 | 53,11 | 0,60 | 0,21 | 0,061 | 1,83 | 0,55 | 1,52 | 3,01 | 0,32 |
| ИС-18 | 9,02 | 1,72 | 0,039 | 3,13 | 0,60 | 18,62 | 5,79 | 1,33 | 0,46 | 0,13 | 4,04 | 1,21 | 3,35 | 6,63 | 0,71 |
| ИС-19 | 5,73 | 5,65 | 0,0070 | 0,60 | 0,11 | 14,43 | 34,96 | 0,51 | 0,085 | 0,024 | 0,72 | 0,22 | 0,62 | 1,21 | 0,13 |
| ИС-20 | 3,30 | 1,55 | 0,011 | 1,04 | 0,17 | 21,49 | 21,28 | 0,44 | 0,13 | 0,042 | 1,15 | 0,35 | 0,96 | 1,90 | 0,20 |
| ИС-21 | 1,64 | 2,00 | 0,0014 | 15,33 | 0,021 | 17,02 | 21,22 | 0,15 | 0,018 | 0,010 | 0,14 | 0,043 | 0,13 | 0,24 | 0,026 |
| ИС-22 | 11,86 | 26,51 |  | 0,19 |  | 8,00 | 22,04 | 0,86 | 0,010 |  | 0,042 |  | 0,060 | 0,091 |  |
| ИС-23 | 8,85 | 32,90 |  | 0,19 |  | 8,00 | 13,24 | 0,72 | 0,0088 |  | 0,082 |  | 0,046 | 0,074 |  |
| ИС-24 | 19,18 | 22,19 |  | 1,21 |  | 8,66 | 15,97 | 1,52 | 0,16 |  | 1,30 |  | 1,16 | 2,25 | 0,24 |
| ИС-25 | 21,67 | 26,95 |  | 0,76 |  | 8,34 | 15,31 | 1,57 | 0,092 |  | 0,67 |  | 0,66 | 1,25 | 0,13 |

*Продолжение таблицы З3*

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Искусственная  смесь | Массовая доля элемента (компонента) в смеси, % | | | | | | | | | | |
| Nd | Sm | Eu | Gd | Tb | Dy | Ho | Er | Tm | Yb | Lu |
| ИС-1 | 0,72 | 0,087 | 0,024 | 0,051 | 0,0075 | 0,032 | 0,0057 | 0,013 | 0,0015 | 0,0091 | 0,0016 |
| ИС-2 | 0,36 | 0,043 | 0,012 | 0,025 | 0,0037 | 0,016 | 0,0028 | 0,0062 | 0,0007 | 0,0045 | 0,0008 |
| ИС-3 | 0,60 | 0,072 | 0,020 | 0,042 | 0,0062 | 0,027 | 0,0047 | 0,010 | 0,0012 | 0,0075 | 0,0013 |
| ИС-4 | 0,59 | 0,071 | 0,020 | 0,042 | 0,0061 | 0,026 | 0,0047 | 0,010 | 0,0012 | 0,0075 | 0,0013 |
| ИС-5 | 0,59 | 0,071 | 0,020 | 0,042 | 0,0061 | 0,027 | 0,0047 | 0,010 | 0,0012 | 0,0075 | 0,0013 |
| ИС-6 | 0,65 | 0,079 | 0,022 | 0,046 | 0,0068 | 0,029 | 0,0051 | 0,011 | 0,0013 | 0,0082 | 0,0014 |
| ИС-7 | 0,41 | 0,050 | 0,014 | 0,029 | 0,0042 | 0,018 | 0,0031 | 0,0069 | 0,0008 | 0,0053 | 0,0009 |
| ИС-8 | 0,21 | 0,025 | 0,0070 | 0,014 | 0,0021 | 0,0089 | 0,0016 | 0,0035 | 0,0004 | 0,0027 | 0,0004 |
| ИС-9 | 0,34 | 0,041 | 0,011 | 0,024 | 0,0034 | 0,015 | 0,0026 | 0,0057 | 0,0007 | 0,0044 | 0,0007 |
| ИС-10 | 0,34 | 0,041 | 0,011 | 0,024 | 0,0034 | 0,015 | 0,0026 | 0,0057 | 0,0007 | 0,0043 | 0,0007 |
| ИС-11 | 0,33 | 0,041 | 0,011 | 0,023 | 0,0034 | 0,015 | 0,0026 | 0,0056 | 0,0007 | 0,0043 | 0,0007 |
| ИС-12 | 0,40 | 0,048 | 0,014 | 0,028 | 0,0040 | 0,017 | 0,0031 | 0,0067 | 0,0008 | 0,0052 | 0,0009 |
| ИС-13 | 2,68 | 0,32 | 0,090 | 0,19 | 0,029 | 0,12 | 0,022 | 0,048 | 0,0056 | 0,033 | 0,0059 |
| ИС-14 | 3,31 | 0,40 | 0,11 | 0,23 | 0,035 | 0,15 | 0,027 | 0,060 | 0,0070 | 0,041 | 0,0072 |
| ИС-15 | 3,49 | 0,42 | 0,12 | 0,25 | 0,037 | 0,16 | 0,029 | 0,063 | 0,0073 | 0,043 | 0,0076 |
| ИС-16 | 0,41 | 0,050 | 0,014 | 0,029 | 0,0044 | 0,019 | 0,0034 | 0,0074 | 0,0009 | 0,0051 | 0,0009 |
| ИС-17 | 1,02 | 0,12 | 0,034 | 0,072 | 0,011 | 0,047 | 0,0083 | 0,018 | 0,0021 | 0,013 | 0,0022 |
| ИС-18 | 2,25 | 0,27 | 0,075 | 0,16 | 0,024 | 0,10 | 0,018 | 0,040 | 0,0047 | 0,028 | 0,0049 |
| ИС-19 | 0,41 | 0,050 | 0,014 | 0,030 | 0,0044 | 0,019 | 0,0033 | 0,0072 | 0,0008 | 0,0051 | 0,0009 |
| ИС-20 | 0,65 | 0,078 | 0,022 | 0,046 | 0,0068 | 0,030 | 0,0053 | 0,012 | 0,0013 | 0,0080 | 0,0014 |
| ИС-21 | 0,083 | 0,010 | 0,0028 | 0,0059 | 0,0008 | 0,0036 | 0,0006 | 0,0014 | 0,0002 | 0,0011 | 0,0002 |
| ИС-22 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-23 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ИС-24 | 0,77 | 0,094 | 0,026 | 0,059 | 0,0084 | 0,036 |  |  |  | 0,0094 |  |
| ИС-25 | 0,44 | 0,054 | 0,015 | 0,036 | 0,0048 | 0,021 |  |  |  | 0,0052 |  |

**Библиография**

|  |  |
| --- | --- |
| [1] СанПиН 2.6.1.2800-10 | Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения (Утверждено постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 24.12.2010 N 171. Зарегистрировано в Минюсте РФ 27.01.2011, регистрационный N19527). |
| [2] СанПиН 2.6.1.2523-09 | Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009) (Утверждено постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 07.07.2009 N 47. Зарегистрировано в Минюсте РФ 14.08.2009, регистрационный N14534) |
| [3] СП 2.6.1.2612-10 | Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010) (Утверждено постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 26.04.2010 N 40. Зарегистрировано в Минюсте РФ 11.08.2010, регистрационный N18115) |
| [4] ГН 2.2.5.3532-18 | Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны (Утверждено постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 13.02.2018 N 25. Зарегистрировано в Минюсте РФ 20.04.2018, регистрационный N 50845) |
| [5] Р 2.2.2006—05 | Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда (Утверждено Главным государственным санитарным врачом РФ 26.07.2005 г.) |
| [6] МУК 4.1.2468—09 | Измерение массовых концентраций пыли в воздухе рабочей зоны предприятий горнорудной и нерудной промышленности (Утверждено Главным государственным санитарным врачом РФ 02.02.2009 г.) |
| [7] | Межотраслевые правила обеспечения работников специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты (Утверждены приказом Минздравсоцразвития России от 01.06.2009 N 290н. Зарегистрировано в Минюсте России 10.09.2009, регистрационный N 14742) |
| [8] | Типовые нормы бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам химических производств, занятым на работах с вредными и (или) опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением (Утверждены приказом Минздравсоцразвития России от 11.08.2011 N 906н. Зарегистрировано в Минюсте России 05.09.2011, регистрационный N 21737) |
| [9] Федеральные нормы и правила в области промбезопасности | Правила безопасности при ведении горных работ и переработке твердых полезных ископаемых. (Утверждены приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору №599 от 11.12.2013 г. N 599) |
| [10] РД 06-572-03 | Инструкция по безопасной эксплуатации электроустановок в горнорудной промышленности (Утверждена постановлением Госгортехнадзора России от 05.06.03 № 65, зарегистрированным Министерством юстиции Российской Федерации 19.06.03 г., регистрационный № 4736) |
| [11] СП 2.2.2.1327-03 | Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту (Утверждено постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 13.02.2018 N 25. Зарегистрировано в Минюсте РФ 18.06.2003, регистрационный N 4720) |
| [12] Гигиенические нормативы  ГН 2.2.5.1313-03 | Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. (Утверждены постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 13.02.2018 N 25. Зарегистрировано в Минюсте РФ 20.04.2018, регистрационный N 50845) |
| [13] ТУ 6-09-4732-79 | Индий (111) оксид (индий (111) окись) химически чистый, чистый |
| [14] СанПиН 2.6.1.1281-03 | Санитарные правила по радиационной безопасности персонала и населения при транспортировании радиоактивных материалов (веществ). (Утверждено постановлением Главного государственного санитарного врача РФ от 17.04.2003 N 54. Зарегистрировано в Минюсте РФ 13.05.2003, регистрационный N 4529) |
| [15] НП-053-16 | Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии «Правила безопасности при транспортировании радиоактивных материалов» (Утверждены приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору №599 от 15.09.2016 г. N 388. Зарегистрировано в Минюсте РФ 24.01.2017, регистрационный N 45375) |
| [16] | Правила перевозок грузов автомобильным транспортом (ред. от 12.12.2017, с изм. от 26.03.2020) (Утверждены Постановлением Правительства Российской Федерации от 15.04.2011 г. N 272) |
| [17] | Правила перевозок железнодорожным транспортом грузов в открытом подвижном составе (Утверждены приказом МПС РФ от 16.06.2003 г. N 19. Зарегистрировано в Минюсте РФ 19.06.2003 г. Регистрационный N 4740) |
| [18] | Приказ Минтранса РФ от 21 апреля 2003 г. N ВР-1/п «Об утверждении Правил безопасности морской перевозки грузов» в редакции с изменениями на основании Приказа 6 июля 2012 г. N 196 |
| [19] | Распоряжение Департамента речного транспорта Минтранса России «Правила перевозки грузов» с изменениями и дополнениями от 01.01.1994 |
| [20] | Приказ Минтранса РФ от 28 июня 2007 г. N 82 "Об утверждении Федеральных авиационных правил "Общие правила воздушных перевозок пассажиров, багажа, грузов и требования к обслуживанию пассажиров, грузоотправителей, грузополучателей» в редакции с изменениями и дополнениями от 14.01.2019 |

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

УДК 622.349.3: 006.354 ОКС 73.060

Ключевые слова: руды редких металлов необогащенные, пирохлор-монацит-крандаллитовый тип, показатели качества, методы испытаний, безопасность, технические условия, транспортирование, хранение

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Руководитель предприятия-разработчика стандарта |  |  |
| Генеральный директор\_\_\_\_  должность |  |  |
| ФГБУ «ВИМС»\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  наименование предприятия-разработчика стандарта | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | О.В.Казанов  инициалы, фамилия |
| Руководитель разработки  Первый зам. ген. директора по осн. деятельности  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | А. А. Рогожин\_  инициалы, фамилия |
| Исполнитель Зав. отделом – главный метролог\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | М. И. Лебедева  инициалы, фамилия |
| СОИСПОЛНИТЕЛИ |  |  |
| Генеральный директор\_ ООО «ТриАрк Майнинг»-Управляющей организации ООО «Восток Инжиниринг»  должность руководителя предприятия - соисполнителя | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | А. В. Алёшин\_  инициалы, фамилия |
| Руководитель разработки  \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  инициалы, фамилия |
| Исполнитель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  инициалы, фамилия |

СОИСПОЛНИТЕЛИ

Руководитель организации-разработчика

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

наименование организации

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

должность личная подпись инициалы, фамилия

Руководитель

разработки \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

должность личная подпись инициалы, фамилия

Исполнитель \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

должность личная подпись инициалы, фамилия